

Fluoreszenzanregung von Emissionsbanden im Bereich der ultraweichen  
Röntgenstrahlen mit der Synchrotronstrahlung  
unter Verwendung eines Konkavgitterspektrometers für absolute  
Wellenlängen- und Intensitätsmessungen

Karl Feser

1971



FLUORESZENZANREGUNG VON EMISSIONSBANDEN IM BEREICH DER ULTRAWEICHEN  
RÖNTGENSTRAHLEN MIT DER SYNCHROTRONSTRAHLUNG  
UNTER VERWENDUNG EINES KONKAVGITTERSPEKTROMETERS FÜR ABSOLUTE  
WELLENLÄNGEN- UND INTENSITÄTSMESSUNGEN

Inaugural-Dissertation  
zur Erlangung der Doktorwürde der  
Fakultät für Physik  
der  
Ludwig-Maximilians-Universität München

vorgelegt von

Karl Feser

aus

Regensburg

Oktober 1971



1. Berichterstatter: Prof. Dr. A. Faessler

2. Berichterstatter: Prof. Dr. W. Rollwagen

Tag der mündlichen Prüfung: 22. Dezember 1971

# INHALTSVERZEICHNIS

|                                                                         | Seite |
|-------------------------------------------------------------------------|-------|
| ÜBERSICHT                                                               |       |
| 1. EINLEITUNG                                                           | 1     |
| 2. DIE SYNCHROTRONSTRAHLUNG                                             | 4     |
| 2.1 Allgemeines                                                         | 4     |
| 2.2 Die Synchrotronstrahlung des Deutschen Elektronen-Synchrotrons DESY | 4     |
| 3. DAS KONKAVGITTERSPEKTROMETER                                         | 7     |
| 3.1 Anforderungen an das Spektrometer                                   | 7     |
| 3.2 Konstruktion und Ausführung                                         | 9     |
| 3.2.1 Die Führungsschiene                                               | 11    |
| 3.2.2 Die Aufbauten auf der Führungsschiene                             | 11    |
| 3.2.3 Die Justiervorrichtung für die Fokussierungsspiegel               | 17    |
| 3.2.4 Das Spektrometergehäuse                                           | 18    |
| 3.3 Die Justierung des Spektrometers                                    | 19    |
| 3.3.1 Justierung der geradlinigen Bewegungen                            | 19    |
| 3.3.2 Justierung der Drehbewegungen                                     | 20    |
| 3.3.3 Genauigkeit der Justierung                                        | 23    |
| 3.4 Der Detektor und die elektronischen Geräte                          | 24    |
| 3.4.1 Das Durchflußzählrohr                                             | 24    |
| 3.4.2 Der Multiplier                                                    | 26    |
| 3.4.2.1 Allgemeines                                                     | 26    |
| 3.4.2.2 Herstellung des Multipliers                                     | 27    |
| 3.4.2.3 Lebensdauer                                                     | 28    |
| 3.4.2.4 Ausbeute                                                        | 29    |

|                                                                                                                                     |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 3.4.3 Die Registrierung der Strahlung                                                                                               | 30 |
| 3.4.3.1 Das Monitorsystem                                                                                                           | 30 |
| 3.4.3.2 Die Elektronik                                                                                                              | 32 |
| 4. WELLENLÄNGENEICHUNG UND PRÜFUNG DES SPEKTROMETERS                                                                                | 34 |
| 4.1 Die Wellenlängeneichung                                                                                                         | 34 |
| 4.1.1 Die Aluminium $L_{2,3}$ -Absorptionskante                                                                                     | 35 |
| 4.1.2 Die $L_{2,3}$ -Absorptionskante von Chlor in Kaliumchlorid                                                                    | 36 |
| 4.1.3 Das Bor K-Absorptionsspektrum                                                                                                 | 36 |
| 4.2 Genauigkeit und Auflösungsvermögen des Spektrometers                                                                            | 36 |
| 5. BESTIMMUNG DER LICHTSTÄRKE DES SPEKTROMETERS UND INTENSITÄTSPROBLEME<br>BEI DER FLUORESZENZANREGUNG MIT DER SYNCHROTRONSTRAHLUNG | 38 |
| 5.1 Berechnung der Intensität der mit der Synchrotronstrahlung in<br>Fluoreszenz angeregten C K-Emissionsbande                      | 38 |
| 5.2 Steigerung der Intensität durch Fokussierungsspiegel                                                                            | 45 |
| 5.3 Einfluß des Streuuntergrundes                                                                                                   | 47 |
| 5.4 Schwierigkeiten durch den Betrieb des Synchrotrons                                                                              | 48 |
| 6. ERGEBNISSE                                                                                                                       | 49 |
| 6.1 Die mit der Synchrotronstrahlung in Fluoreszenz erregten<br>Emissionsbanden von Kohlenstoff, Bor und Beryllium                  | 49 |
| 6.1.1 Kohlenstoff                                                                                                                   | 49 |
| 6.1.1.1 Polykristalliner Graphit                                                                                                    | 49 |
| 6.1.1.2 Einkristalliner Graphit                                                                                                     | 50 |
| 6.1.1.3 Diamant                                                                                                                     | 51 |
| 6.1.2 Bor                                                                                                                           | 52 |
| 6.1.3 Beryllium                                                                                                                     | 52 |

|                                                                           |    |
|---------------------------------------------------------------------------|----|
| 6.2 Bestimmung der Fluoreszenzausbeute von Beryllium, Bor und Kohlenstoff | 53 |
| 6.2.1 Berechnung der Zahlenwerte                                          | 53 |
| 6.2.2 Fehlerbetrachtung                                                   | 55 |
| 6.2.3 Diskussion                                                          | 56 |
| 7. ZUSAMMENFASSUNG                                                        | 59 |
| LITERATURVERZEICHNIS                                                      | 61 |



Digitized by the Internet Archive  
in 2026

[https://archive.org/details/IA41555409\\_0037](https://archive.org/details/IA41555409_0037)

## ÜBERSICHT

In der vorliegenden Arbeit wird über Versuche berichtet, die Synchrotronstrahlung des Deutschen Elektronen-Synchrotrons DESY zur Fluoreszenzanregung von Emissionsspektren im Bereich der ultraweichen Röntgenstrahlen zu verwenden. Für die Untersuchungen wurde ein Konkavgitterspektrometer gebaut, das absolute Wellenlängen- und Intensitätsmessungen erlaubt und für den Bereich von 30 - 500 Å ausgelegt ist. Zur Registrierung der Strahlung diente ein im Verlauf der Untersuchungen entwickelter Multiplier mit kontinuierlichen Dynoden.

Die Kontrolle von Spektrometer und Detektor erfolgte durch Registrierung einiger bereits bekannter Absorptionsspektren. Das K-Absorptionsspektrum von Bor wurde zum ersten Mal beobachtet und vermessen.

Es gelang, die K-Emissionsbanden von Kohlenstoff (Diamant und Graphit), Bor und Beryllium mit der Synchrotronstrahlung anzuregen. Die in Fluoreszenz erregten Banden stimmen mit den primär erregten Banden im wesentlichen überein, doch sind die statistischen Schwankungen bei den derzeitigen Betriebsbedingungen des Beschleunigers noch beträchtlich.

Aus den Meßergebnissen konnten mit Hilfe der bekannten Lichtstärke des Spektrometers und der bekannten Intensitätsverteilung der Synchrotronstrahlung die Fluoreszenzausbeuten von Beryllium, Bor und Kohlenstoff bestimmt werden. Die Ergebnisse werden diskutiert, wobei sich zusätzlich eine Abschätzung für die Fluoreszenzausbeute von Lithium ergibt.



## 1. EINLEITUNG

Die Röntgenemissionsbanden, die durch Übergänge von Valenzelektronen in ein inneres Niveau zustande kommen und Informationen über die Elektronenstruktur von Festkörpern geben, liegen zu einem wesentlichen Teil im Bereich der ultraweichen Röntgenstrahlen. Bei der Untersuchung der Banden dieses Spektralbereiches war man bisher aus Intensitätsgründen auf primäre Anregung angewiesen, da man mit Spektrometern hoher Auflösung - die im allgemeinen geringe Lichtstärke besitzen - arbeiten muß, wenn man Einzelheiten der Energiebänderstruktur eines Festkörpers erfassen will.

Mit primärer Anregung der Spektren sind jedoch viele Substanzen der Untersuchung nicht zugänglich, da sie sich unter dem Einfluß des Elektronenbeschusses in unkontrollierbarer Weise zersetzen. Die Fluoreszenzanregung, mit der diese Störungen vermieden werden, wurde im Gebiet der ultraweichen Röntgenstrahlen bis jetzt nur von Henke und Smith<sup>1</sup> durchgeführt, die ein Spektrometer mit hoher Lichtstärke aber von geringem Auflösungsvermögen verwendeten.

Die Schwierigkeit, in dem genannten Spektralbereich in Fluoreszenz erregte Röntgenemissionsspektren mit Spektrometern hoher Auflösung zu beobachten, hat zwei Ursachen. Zunächst ist die Fluoreszenzausbeute in diesem Bereich sehr klein; sie beträgt z.B. für die K-Strahlung des Kohlenstoffs ( $\lambda = 44,8 \text{ \AA}$ ) nur 0,09 %. Dazu kommt, daß es bisher nicht gelungen ist, mit konventionellen Mitteln eine zur Anregung geeignete intensive Strahlung zu erzeugen.

Es ist naheliegend, in diesem Zusammenhang an die Synchrotronstrahlung zu denken, die im Bereich der ultraweichen Röntgenstrahlen eine größere Intensität besitzt als alle anderen Quellen kontinuierlicher Strahlung. Indessen bringt die Anwendung der Synchrotronstrahlung für die Fluoreszenzanregung gerade im Gebiet lang-

welliger Röntgenstrahlung erheblich größere Schwierigkeiten mit sich als ihre Anwendung bei Untersuchungen der Absorption, Reflexion und Photoionisation, wie sie schon seit Jahren am Deutschen Elektronen-Synchrotron DESY, Hamburg, und an anderen Stellen durchgeführt werden.

Während z.B. bei Absorptionsmessungen die Synchrotronstrahlung nur durch die Absorberfolie geschwächt direkt in das Spektrometer eintritt, wird sie bei der Fluoreszenzanregung mit sehr kleiner Ausbeute in die gewünschte charakteristische Strahlung umgewandelt, von der aus geometrischen Gründen wieder nur ein geringer Bruchteil das Gitter trifft und registriert wird. Eine Überschlagsrechnung ergibt, daß die Intensitäten, die man bei Fluoreszenzanregung erhält, bis zu  $10^7$  mal kleiner sind als diejenigen, mit denen man es bei Absorptionsmessungen zu tun hat.

In Frascati gelang es zwar, mit der Synchrotronstrahlung Emissionsbanden im Wellenlängengebiet um  $10 \text{ \AA}$  in Fluoreszenz anzuregen<sup>2</sup> - die Fluoreszenzausbeute ist in diesem Bereich 50 bis 100 mal größer als im Wellenlängengebiet über  $40 \text{ \AA}$  - aber darüber hinaus ist die Fluoreszenzanregung von Emissionsspektren trotz mehrfacher Versuche an verschiedenen Beschleunigern noch nicht gelungen. Überschlagsrechnungen zeigen indessen, daß die Fluoreszenzerregung mit der Synchrotronstrahlung unter günstigen Bedingungen und mit den Mitteln der heutigen experimentellen Technik mindestens bis zu Wellenlängen von 200 - 300  $\text{\AA}$  möglich sein sollte. Es wurden daher am Deutschen Elektronen-Synchrotron DESY Versuche in dieser Richtung unternommen, über die im folgenden berichtet wird.

Für die Untersuchungen wurde ein hochauflösendes Konkavgitterspektrometer mit streifendem Einfall gebaut, das den Wellenlängenbereich von 30 bis 500  $\text{\AA}$  zu erfassen gestattet. Da es in diesem Bereich schwierig ist, mit Referenzlinien zu arbeiten, wurde das Spektrometer so konstruiert, daß die Wellenlängen absolut

bestimmt werden können. Das Spektrometer erlaubt auch absolute Intensitätsmessungen, da seine Lichtstärke, d.h. das Verhältnis der im Bandenmaximum gemessenen Intensität zur Intensität der ausgedehnten, homogen und isotrop strahlenden Probenoberfläche, berechnet werden konnte. - Als Detektor wurde ein Multiplier eigener Konstruktion verwendet.

Zur Kontrolle der Apparatur wurden einige bekannte Absorptionsspektren registriert. Dabei konnte das K-Absorptionsspektrum von Bor zum ersten Mal aufgenommen und vermessen werden.

Für die Prüfung der Möglichkeiten der Fluoreszenzanregung mit der Synchrotronstrahlung schienen die K-Emissionsbanden von Kohlenstoff, Bor und Beryllium am geeignetsten. Obgleich die Maschinenbedingungen gerade für die Fluoreszenzanregung von Spektren im langwelligen Bereich meist ungünstig waren, da der Beschleuniger in der Regel mit hohen Elektronenenergien und kleinen Stromstärken betrieben wurde, konnten alle drei Banden in Fluoreszenz nachgewiesen werden.

Die zunächst nur für die Abschätzung der zu erwartenden Intensitäten der Fluoreszenzstrahlung berechnete Lichtstärke des Spektrometers erlaubte es, die Fluoreszenzausbeuten für diese drei Elemente zu bestimmen.

## 2. DIE SYNCHROTRONSTRAHLUNG

### 2.1 Allgemeines

Elektronen oder Positronen, die sich in einem Synchrotron auf Kreisbahnen mit Halbmessern von einigen Metern bewegen, geben bei Strahlströmen von einigen Milliampere Anlaß zu einer intensiven Strahlung, der sogenannten Synchrotronstrahlung. Die Eigenschaften dieser Strahlung wurden 1949 von Schwinger<sup>3</sup> auf der Grundlage der klassischen Elektrodynamik berechnet. Es ergab sich, daß die bekannte Winkelverteilung des Hertzschen Dipols für nichtrelativistische Elektronen im relativistischen Fall durch den Dopplereffekt so verzerrt wird, daß aus der ursprünglich torusförmigen Intensitätsverteilung ein in Flugrichtung der Teilchen eng gebündelter Strahlungskeil entsteht. Die Strahlung ist elliptisch polarisiert und hat eine kontinuierliche Intensitätsverteilung vom Sichtbaren bis weit ins Vakuumultraviolett bzw. ins Röntgengebiet.

### 2.2 Die Synchrotronstrahlung des Deutschen Elektronen-Synchrotrons DESY

Die Eigenschaften der Synchrotronstrahlung des Deutschen Elektronen-Synchrotrons DESY sind in den zusammenfassenden Arbeiten von Haensel und Kunz<sup>4</sup> sowie von Godwin<sup>5</sup> ausführlich beschrieben worden. Im folgenden werden die für die vorliegende Arbeit wichtigen Daten zusammengestellt.

Die grundlegende Formel von Schwinger<sup>3</sup> für die Strahlungsleistung eines monoenergetischen Elektrons, das auf einer Kreisbahn mit Radius R umläuft, lautet:

$$I(\lambda, \psi) = \frac{27}{32\pi} \frac{e^2 c}{R^3} \left(\frac{\lambda_c}{\lambda}\right)^4 \left(\frac{E}{m_0 c^2}\right)^2 \left(1 + \left(\frac{E}{m_0 c^2} \psi\right)^2\right)^2 \times \left[ K_{2/3}^2(\xi) + \frac{\left(\frac{E}{m_0 c^2} \psi\right)^2}{1 + \left(\frac{E}{m_0 c^2} \psi\right)^2} K_{1/3}^2(\xi) \right] \quad (1)$$

mit  $\xi = \frac{\lambda_c}{2\lambda} \left(1 + \left(\frac{E}{m_0 c^2} \psi\right)^2\right)^{3/2}$

und  $\lambda_c = \frac{4\pi R}{3} \left(\frac{m_0 c^2}{E}\right)^3,$

wo  $E$  die Energie,  $m_0$  die Ruhemasse,  $e$  die Ladung und  $c$  die Lichtgeschwindigkeit bedeuten.  $I(\lambda, \psi)$  ist die in das Einheitsintervall um die Wellenlänge  $\lambda$  und den Winkel  $\psi$  gegen die Synchrotronebene abgegebene Intensität bezogen auf den ganzen Bahnumfang.  $K_{1/3}$  und  $K_{2/3}$  sind modifizierte Besselfunktionen zweiter Art. Die beiden Summanden in der eckigen Klammer bestimmen die beiden Polarisationskomponenten; der erste Summand gibt die Komponente an, bei der der E-Vektor parallel zur Synchrotronebene schwingt, der zweite die dazu senkrecht schwingende Komponente. In der Bahnebene ( $\psi=0$ ) ist die Strahlung vollständig und parallel zur Synchrotronebene polarisiert. Integriert man Gl. (1) über  $\lambda$  und  $\psi$ , so ergibt sich ein Verhältnis von paralleler zu senkrechter Komponente von 7:1, wie aus Abb. 1 zu ersehen ist. Für  $R = 31,7$  m (DESY) und  $E = 6,0$  GeV gibt Abb. 2 die Winkelverteilung der Strahlungsleistung für verschiedene Wellenlängen nach Gl. (1) wieder. Danach wird die enge Bündelung der Strahlung um die Synchrotronebene für kleine Wellenlängen mit zunehmender Wellenlänge aufgeweitet.

Gleichung (1) beschreibt, wie erwähnt, die Eigenschaften der Synchrotronstrahlung für monoenergetische Elektronen. Annähernd monoenergetische Elektronen kommen über einen längeren Zeitraum nur in Speicherringen vor. In einem Beschleuniger werden die Elektronen von einer Anfangsenergie (Größenordnung einige Hundert MeV) in kurzer Zeit auf die gewünschte Endenergie  $E_{\max}$  gebracht und dann aus dem Beschleuniger ausgelenkt. Die Beschleunigungszeit  $T$  beträgt bei DESY 10 msek, die Wiederholungsfrequenz ist 50 Hz. Um Gl. (1) den Bedingungen bei DESY anzupassen, ist für  $E$  die tatsächliche, zeitabhängige Energie

$$E(t) = E_{\max} \cdot \sin^2\left(\frac{\pi t}{2T}\right) \quad (2)$$

einzusetzen. Die mittlere Intensität über die Beschleunigungsdauer ergibt sich durch Integration über die Beschleunigungszeit und durch Division mit  $T$ . Das

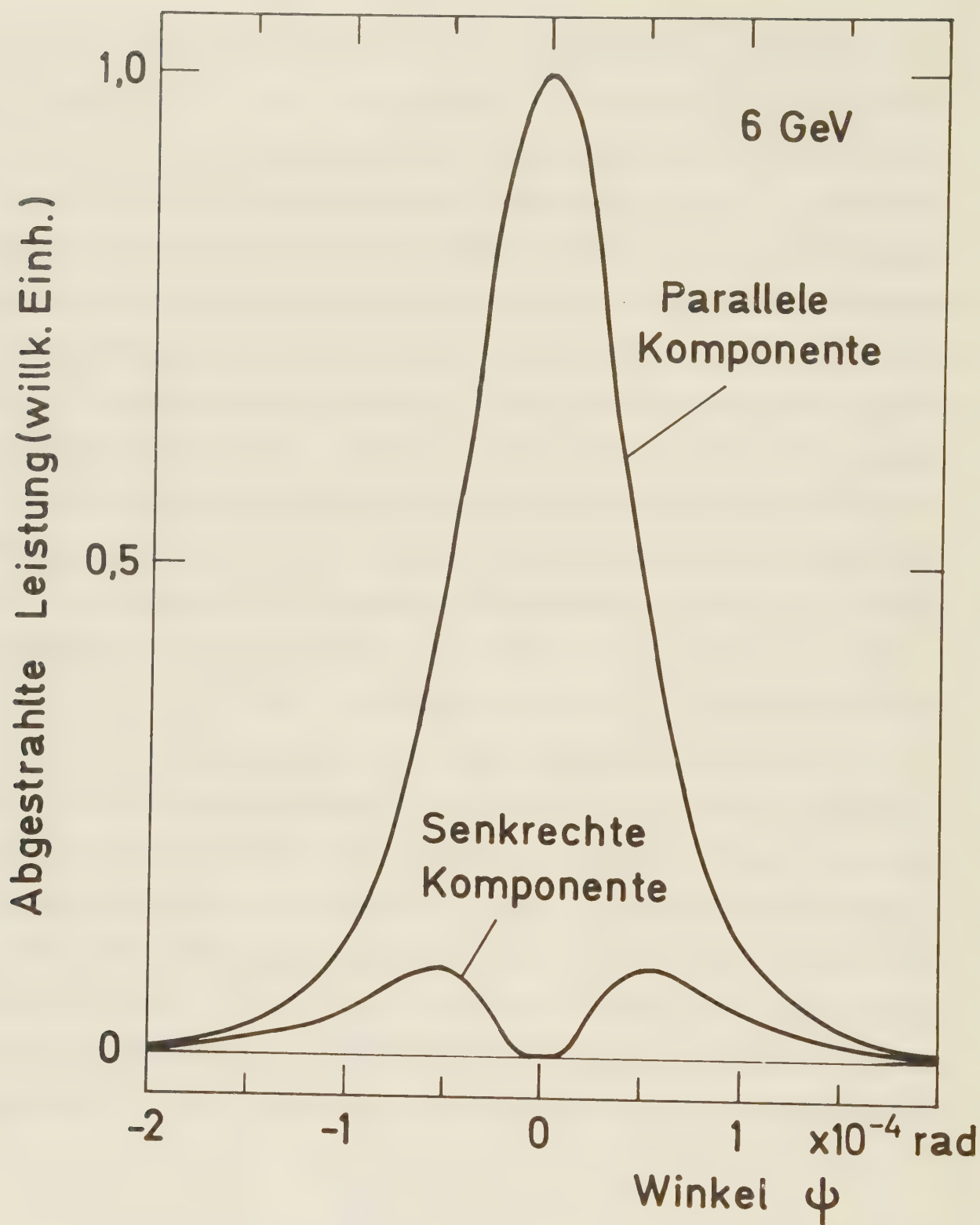


Abb. 1 Winkelverteilung der beiden durch Integration über  $\lambda$  erhaltenen Polarisationskomponenten der Synchrotronstrahlung nach Gl. (1) für monoenergetische Elektronen der Energie 6 GeV

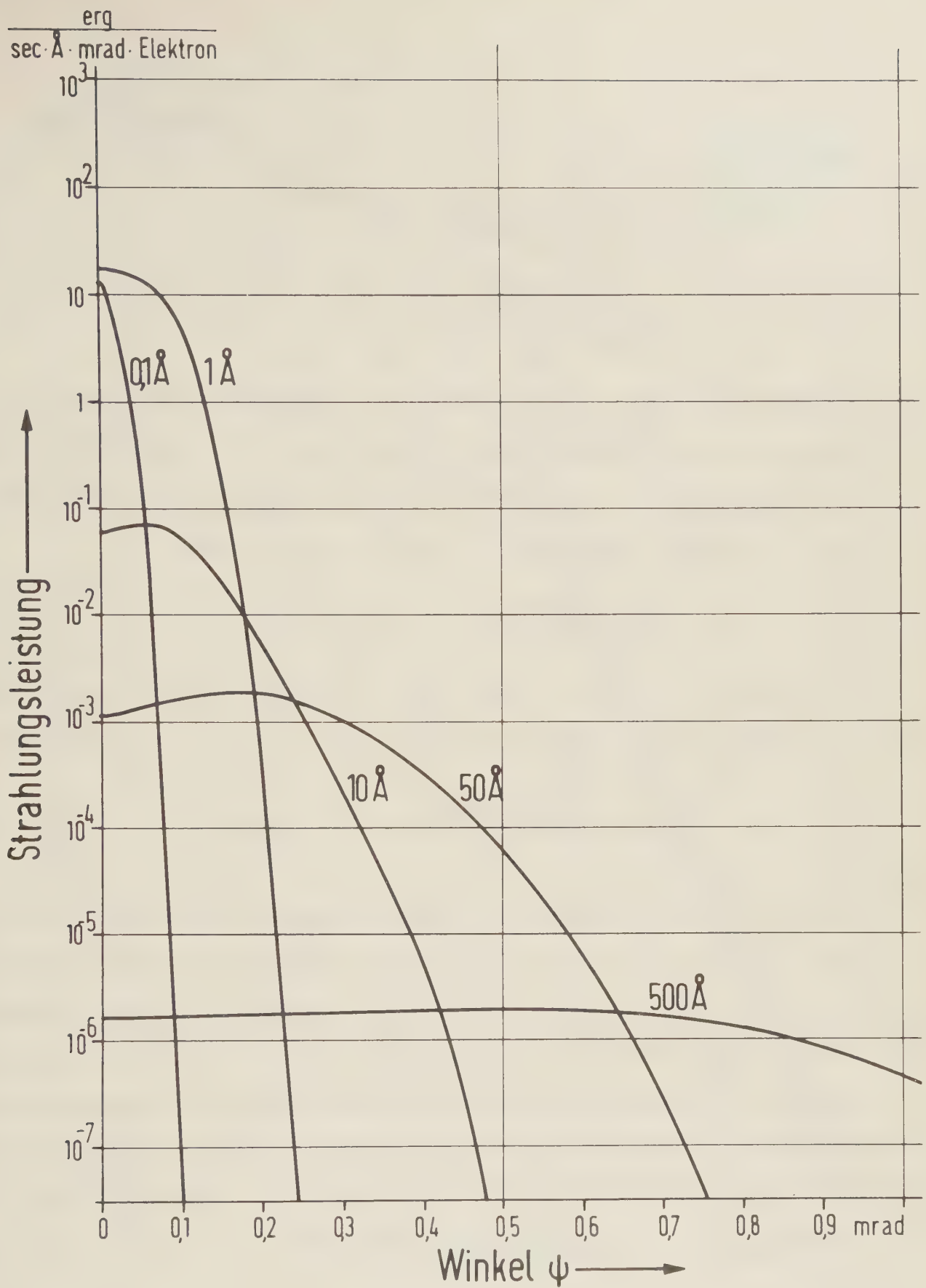


Abb. 2 Winkelverteilung der Synchrotronstrahlung monoenergetischer Elektronen ( $E = 6 \text{ GeV}$ ,  $R = 31,7 \text{ m}$ ) für verschiedene Wellenlängen (nach Haensel und Kunz<sup>4</sup>)

Ergebnis lautet

$$\bar{I}(\lambda, \psi, E_{\max}) = \frac{81}{8\pi^4} \frac{e^2 c}{R^3} \left( \frac{E_{\max}}{m_0 c^2} \right)^8 \left( \frac{\lambda}{\lambda_m} \right)^4 L(\lambda, \psi, E_{\max}) \quad (3)$$

mit

$$\lambda_m = \frac{4\pi R}{3} \left( \frac{m_0 c^2}{E_{\max}} \right)^3.$$

Die Funktion  $L$  wurde von Ripken<sup>6</sup> tabelliert. Die spektrale Intensität, die sich aus Gl. (3) nach Integration über den Winkel ergibt, ist in Abb. 3 für verschiedene Elektronenenergien dargestellt. Das Maximum  $\lambda_{\max}$  in dieser Darstellung liegt bei  $0,5 \lambda_m$ . Daraus ergibt sich für DESY die einfache Formel

$$\lambda_{\max} = \frac{88,6}{E_{\max}^3}, \quad (4)$$

wobei man  $\lambda_{\max}$  in Å erhält, wenn  $E_{\max}$  in GeV eingesetzt wird. Integration über  $\psi$  und  $\lambda$  ergibt die abgestrahlte Gesamtintensität

$$\bar{I}(E_{\max}) = \frac{35}{192} \frac{e^2 c}{R^2} \left( \frac{E_{\max}}{m_0 c^2} \right)^4. \quad (5)$$

Danach beträgt die abgegebene Strahlungsleistung des Beschleunigers bei  $E_{\max} = 6$  GeV und  $5 \times 10^{12}$  Elektronen/sek (50 Beschleunigungszyklen/sek bei einem Strahlstrom von 15 mA) 7,5 kW. Aus den Formeln läßt sich die wichtigste Größe für jedes Experiment mit der Synchrotronstrahlung angeben, nämlich die absolute Strahlungsleistung auf einer Empfängerfläche von vorgegebener Größe und in vorgegebenem Abstand tangential zur Flugbahn der Elektronen. In Abb. 4 ist für obige Bedingungen die durch einen Spalt der Größe  $2 \times 1 \text{ cm}^2$  (Kurve 1) bzw.  $2 \times 0,5 \text{ cm}^2$  (Kurve 2) in einer Entfernung von 40 m vom Synchrotron hindurchtretende Strahlungsleistung dargestellt.

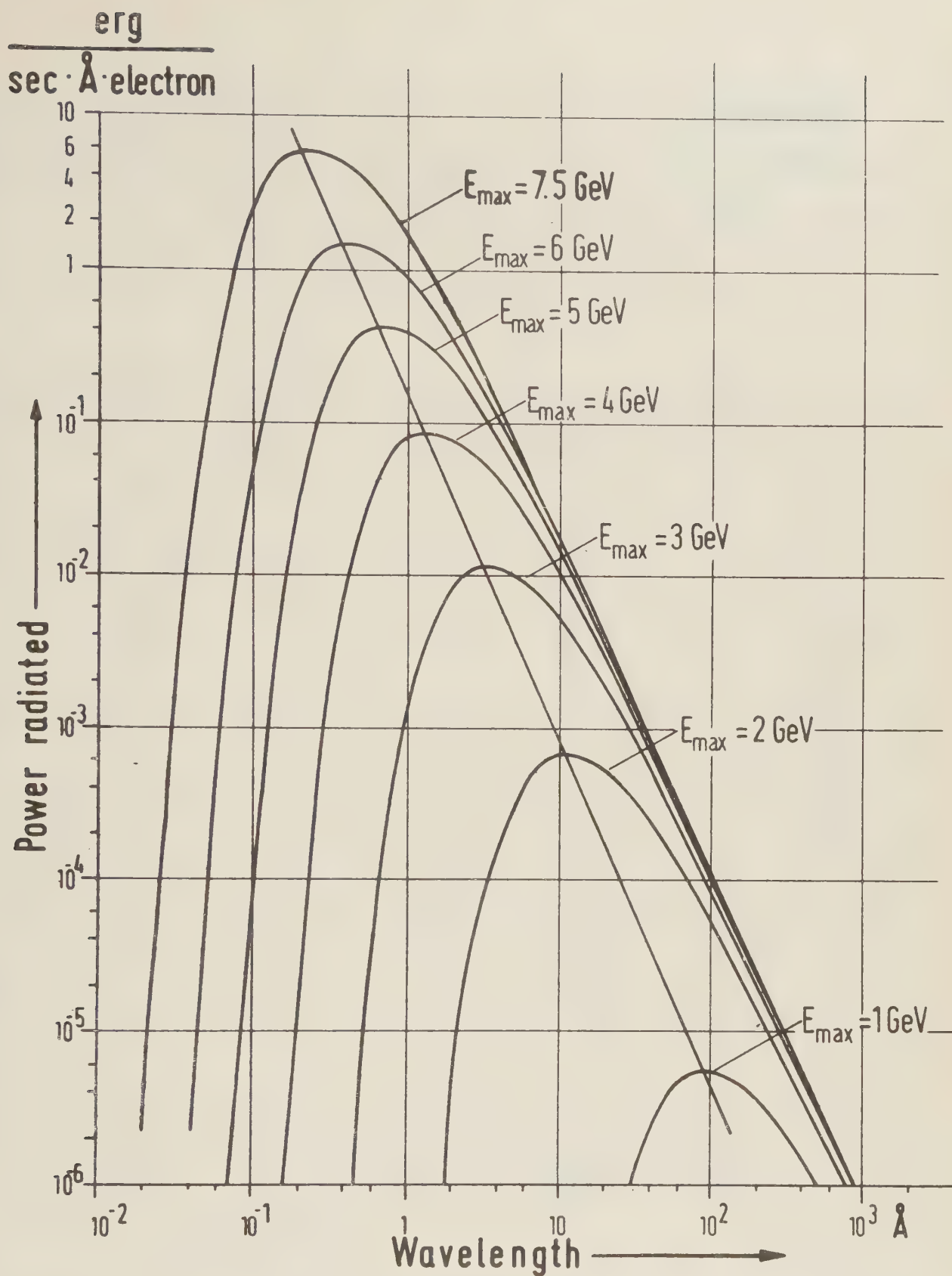


Abb. 3 Spektrale Verteilung der Synchrotronstrahlung eines auf verschiedene Endenergien beschleunigten Elektrons, gemittelt über die Beschleunigungsdauer (nach Haensel und Kunz<sup>4</sup>).

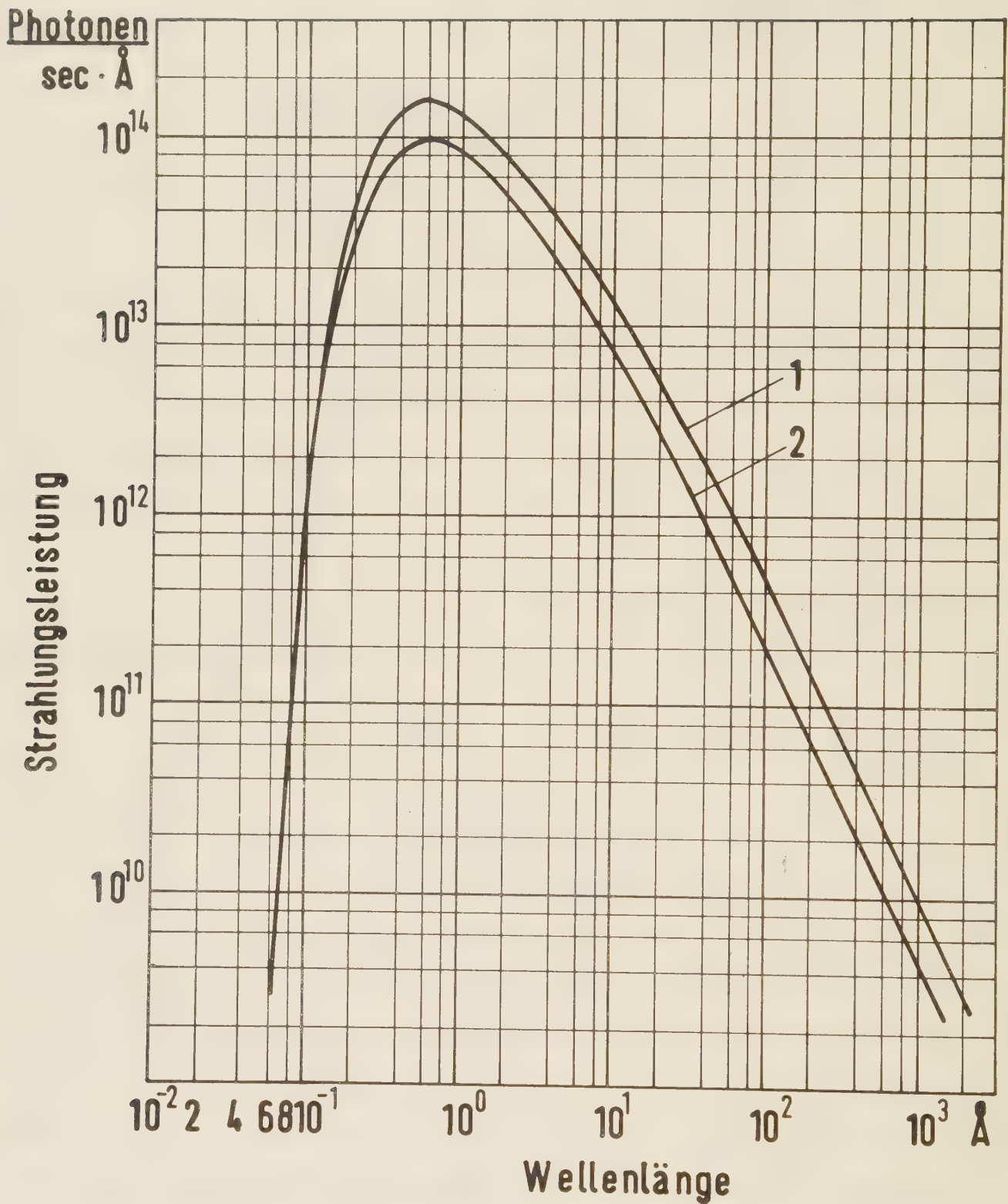


Abb. 4 Strahlungsleistung des Beschleunigers in einem 40 m tangential von der Flugbahn der Elektronen entfernt stehenden Spalt der Breite 2 cm und der Höhe 1 cm (Kurve 1) sowie der Höhe 0,5 cm (Kurve 2) symmetrisch zur Synchrotronebene bei einem Strahlstrom von 15 mA und  $E_{\text{max}} = 6$  GeV.

### 3. DAS KONKAVGITTERSPEKTROMETER

Das Konkavgitterspektrometer mit streifendem Einfall soll im Wellenlängenbereich von 30 bis 500 Å verwendbar sein und muß entsprechend dem besonderen Verwendungszweck mehreren Anforderungen genügen.

#### 3.1 Anforderungen an das Spektrometer

*Auflösungsvermögen.* Das Spektrometer soll eine Auflösung von weniger als 0,1 Å erreichen, da die kleinste Breite der Strukturdetails von Emissionsbanden von dieser Größenordnung ist. Sind  $\lambda$  und  $\lambda + d\lambda$  zwei Wellenlängen, die vom Beugungsgitter gerade noch getrennt werden, so gilt näherungsweise<sup>7</sup>

$$d\lambda = \frac{\sigma}{Rn} \left( s + \frac{a}{5} \right); \quad (6)$$

dabei bedeutet  $\sigma$  die Gitterkonstante, R den Gitterradius, n die Ordnung der Reflexion und s bzw. a die Eintritts- und Austrittsspaltbreite. Es ist  $s \geq a$  vorausgesetzt. Für  $a > s$  vertauschen a und s ihre Plätze in Gl. (6). Da  $d\lambda$  linear mit der Gitterkonstante anwächst und umgekehrt proportional zum Gitterradius ist, muß man zur Erzielung eines hohen Auflösungsvermögens ein Gitter mit möglichst großem Radius und kleiner Gitterkonstante wählen.

Eine Auflösung unter 0,1 Å kann nur dann erreicht werden, wenn das Spektrometer mechanisch exakt genug justierbar und einstellbar ist. Anhand eines Beispiels läßt sich die erforderliche mechanische Genauigkeit des Spektrometers abschätzen. Bei Verwendung eines Beugungsgitters mit 2400 Linien/mm in Verbindung mit einem Eintritts- und Austrittsspalt von je 10 µm Breite ergibt sich eine Auflösung von 0,025 Å. Einem Wellenlängenunterschied von dieser Größe entspricht im Gebiet um 40 Å eine Verschiebung des Detektorwagens um 75 µm. Die Projektion dieser Verschiebung auf eine Senkrechte zum Strahl beträgt 10 µm. Daraus ergibt sich, daß der Detektor auf einer Bahn geführt werden muß, die nur wenige Mikrometer vom

Rowlandkreis abweichen darf. Ferner muß der Spalt auf dem Rowlandkreis so genau senkrecht stehen, daß die Projektion einer Spaltkante auf den Rowlandkreis weniger als ein Zehntel der Spaltbreite beträgt. Dies entspricht im obigen Beispiel einer Genauigkeit der Spalteinstellung von einigen Bogensekunden. Ähnliches gilt für die Justierung des Beugungsgitters.

*Absolutmessung der Wellenlängen.* Bei der Fluoreszenzanregung von Emissionsspektren mit der Synchrotronstrahlung wäre eine Wellenlängeneichung mit Hilfe von bekannten Emissionslinien aus Intensitätsgründen mühsam und zeitraubend. Eine Absolutbestimmung der Wellenlänge ist beim Gitterspektrometer möglich und wurde im vorliegenden Fall vorgesehen. Es ist dazu erforderlich, daß man die Daten des Beugungsgitters, die Entfernungen Eintrittsspalt-Gittermitte-Austrittsspalt und den Radius des Rowlandkreises kennt.

*Justierung.* Da der harte Anteil der Synchrotronstrahlung ( $\lambda < 0,5 \text{ \AA}$ ) eine sehr starke Streustrahlung bewirkt, sind bei DESY Meß- und Beobachtungsräume durch Abschirmungswände voneinander getrennt. Die Apparatur muß daher ferngesteuert werden. Eine röntgenoptische Justierung des Spektrometers mit Hilfe der Synchrotronstrahlung wäre sehr schwierig und würde zudem ein oftmaliges Belüften der Apparatur erfordern. Das Spektrometer wird deshalb mit sichtbarem Licht justiert.

*Möglichkeit für Emissions- und Absorptionsmessungen.* Das Spektrometer soll für die Untersuchung von Emissions- und Absorptionsspektren verwendbar sein. Zur Unterdrückung der Streustrahlung muß bei der Aufnahme von Emissionsspektren die Abnahme der Fluoreszenzstrahlung unter einem Winkel von  $90^\circ$  zur einfallenden Strahlung erfolgen, da die primäre Strahlung hauptsächlich in der Synchrotronebene polarisiert ist. Für Absorptionsaufnahmen muß das Spektrometer in Richtung der einfallenden Strahlung gedreht werden können.

*Vakuumtechnik und Strahlfreigabe.* Die Synchrotronstrahlung wird in der Mitte eines Ablenkungsmagneten tangential zur Flugrichtung der Elektronen abgenommen und gelangt durch ein 35 m langes Strahlrohr in den Beobachtungsbunker. Es war vorgesehen, das Spektrometer an das Strahlrohr als erste von insgesamt vier hintereinander aufgebauten Apparaturen anzuschließen. Da alle Apparaturen vakuummäßig untereinander und durch das Strahlrohr mit der auf einen Druck von  $10^{-7}$  Torr evakuierten Beschleunigerringkammer verbunden sind, ergaben sich die folgenden zusätzlichen Bedingungen. Die Apparatur muß gegen Lufteinbrüche abgesichert sein und bei allen Messungen unter einem Druck von etwa  $10^{-6}$  Torr stehen. Ein Belüften der Apparatur vor und nach der Messung ist bei den langen Abpumpzeiten nicht tragbar. Daher müssen alle während der Messung im Strahl befindlichen Objekte, insbesondere das Präparat und die Fokussierungsspiegel, zur Strahlfreigabe für den nachfolgenden Benutzer ohne Unterbrechung des Vakuums aus dem Strahl genommen werden können.

*Erschütterungssicherer Aufbau.* Eine der Bedingungen am DESY ist, daß zur Erzeugung eines möglichst ölfreien Vakuums eine Turbomolekularpumpe verwendet wird. Der Rotor der Pumpe läuft mit 19000 U/min und gibt zu Vibrationen Anlaß, die sich auf das Spektrometergehäuse übertragen können. Da die Pumpe während der Messungen in Betrieb sein muß, ist ein erschütterungssicherer, spielfreier Aufbau des Spektrometers erforderlich.

Mit der nachfolgend beschriebenen Konstruktion wurde versucht, alle diese Forderungen weitgehendst zu erfüllen.

### 3.2 Konstruktion und Ausführung

Für das Gitterspektrometer bieten sich zwei Konstruktionen an, die sich durch die Führung des Detektors längs des Rowlandkreises unterscheiden. Man kann den Mittelpunkt des Rowlandkreises realisieren und einen Führungsarm mit dem Detektor um diesen

Mittelpunkt drehen oder den Detektor an einer Führungsbahn entlangführen. Berücksichtigt man, daß das Spektrometer als Einheit außerhalb des Vakuumgehäuses justiert werden soll, und daß es auf höchste Genauigkeit in der Führung des Detektors ankommt, so erscheint die von Wiech<sup>7</sup> angegebene Konstruktion am geeignetsten, bei der auf einer im Spektrometergehäuse frei beweglichen Führungsschiene das Beugungsgitter sowie der Eintritts- und Austrittsspalt aufgebaut bzw. nachgeführt werden.

Das Grundprinzip der Anordnung aller Teile des Spektrometers auf einer Führungsschiene ist bei der vorliegenden Konstruktion übernommen worden. In Abb. 5 ist das Spektrometer mit Gehäuse schematisch dargestellt. Abbildung 6 zeigt eine Ansicht der Führungsschiene mit den Aufbauten. Da mit dem Spektrometer eine Absolutbestimmung der Wellenlänge möglich sein soll, sind zur Justierung senkrecht und zentrisch unter den Mitten von Austritts- und Eintrittsspalt sowie unter der Gittermitte Justierstifte vorgesehen, so daß sich Einfalls- und Ausfallswinkel durch Längenmessungen bestimmen lassen. Um diese Bestimmung auch während des Betriebs des Spektrometers zu ermöglichen, wurde die Antriebsspindel genau unter dem Gittermittelpunkt um zwei zueinander senkrechte Achsen drehbar und spielfrei gelagert. Ein am freien Spindelende angeflanschter Motor dreht die Spindel, die über eine spielfreie Mutter den Detektorwagen antreibt. Bei bekannter Steigung der Spindel wird durch Zählen der Spindeldrehungen in einfacher Weise die Entfernung Gittermittelpunkt-Austrittsspalt sehr genau meßbar. Außerdem wird die Ebene des Austrittsspalts durch die gewählte Spindelführung bei der Bewegung des Detektorwagens stets senkrecht zur auffallenden Strahlung gestellt, eine notwendige Bedingung, die bei anderen Konstruktionen erst durch zusätzlichen apparativen Aufwand erfüllt wird. Der Aufbau der Spalte, des Gitters und des Detektors auf der Schiene erlaubt, daß jedes einzelne Teil ein- und ausgebaut werden kann, ohne daß eine Neujustierung nötig wird. Die Teile des Spektrometers sind aus rostfreiem Stahl (DIN X 35 Cr Mo 17) hergestellt.

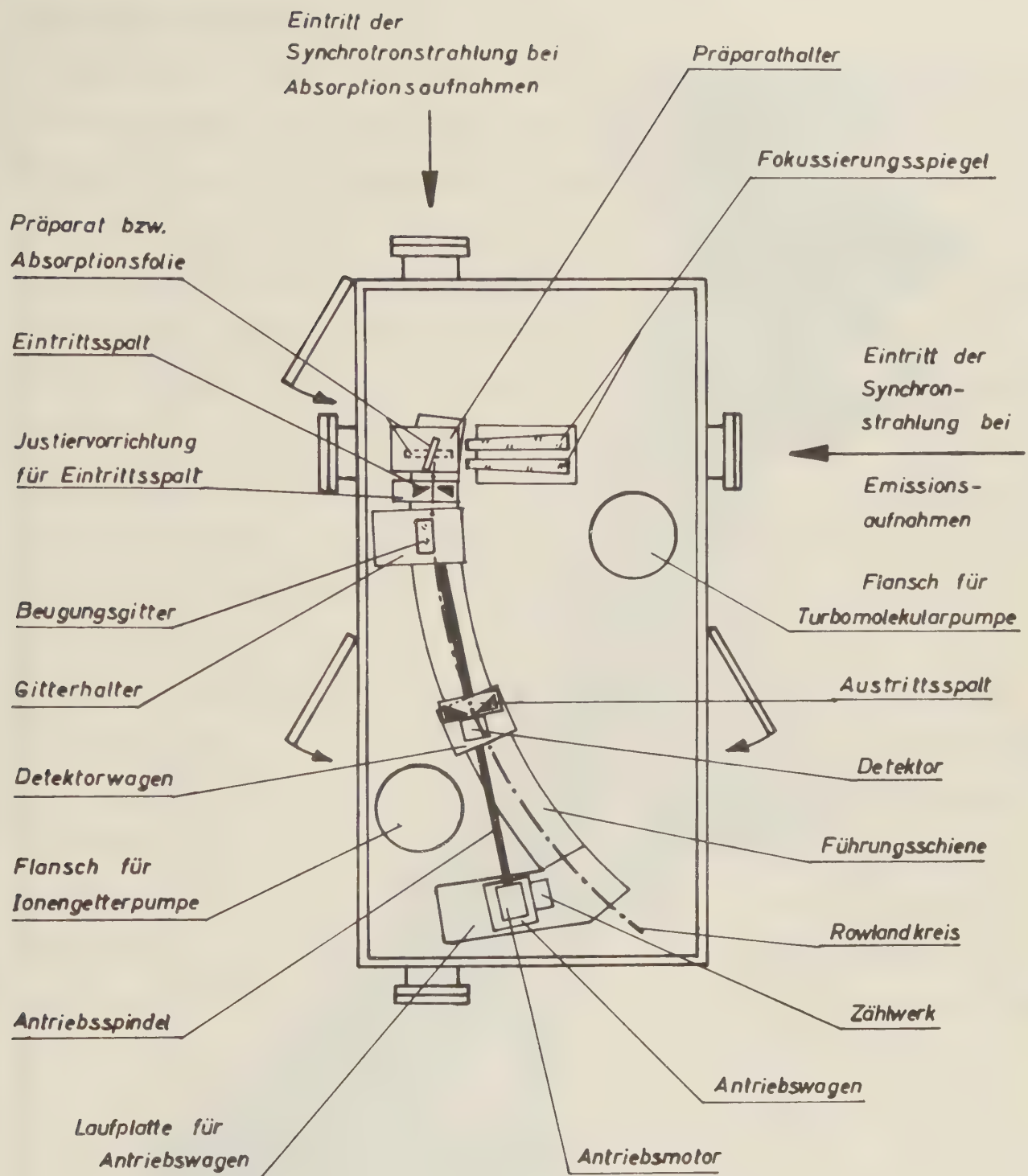


Abb. 5 Gesamtansicht des Spektrometers, schematisch

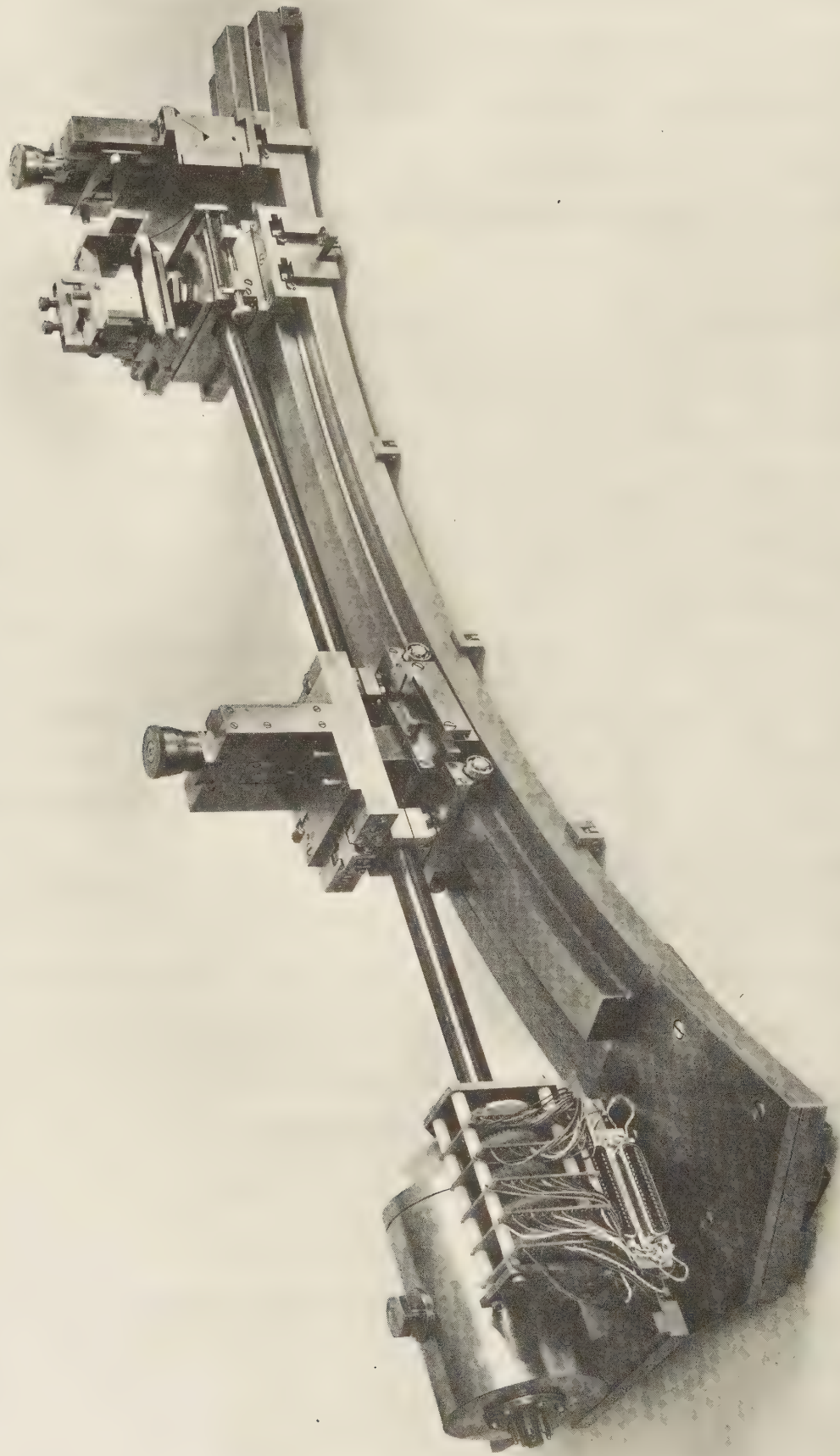


Abb. 6 Ansicht des Spektrometers. Aufbauten auf der Führungsschiene von rechts: Eintrittsspalt mit Justiervorrichtung, Gitterhalter mit Beugungsgitter, Antriebsspindel, Detektorwagen mit Austrittsspalt, Antriebsmotor (eingekapselt) mit Zählwerk, montiert auf Antriebswagen.

### 3.2.1 Die Führungsschiene

Die Führungsschiene (Abb. 6 und 7) soll möglichst formstabil sein. Das Profil der Schiene berücksichtigt diese Forderung und besitzt neben den Laufbahnen für den Detektorwagen eine besonders präzise Führungsbahn (die in Abb. 7 von dem Justierstift 19 berührt wird), längs der die Spalte und das Gitter justiert werden. Die Herstellung der Schiene wurde von einem Industriebetrieb<sup>+)</sup> übernommen. Zur Fertigung wurden auf einer Drehbank von 2 m Durchmesser zwei je 1 m lange, mit 1 m Radius gekrümmte Stahlblöcke gegenüberliegend eingespannt und nach mehrmaligem Zwischenglühen auf die endgültige Form gebracht. Die Spanabnahme gegen Ende der Bearbeitung geschah mit einem Vorschub von weniger als 0,1 mm. Dadurch ergab sich ein relativ geringer Auflagedruck des Stahls an der Bearbeitungsstelle, so daß sich die Werkstücke nicht lokal verbiegen konnten.

Zur Prüfung der Rundheit der Schiene wurde eine Justiervorrichtung gebaut, die aus einem Schwenkarm variabler Länge bestand, an dessen Spitze eine Meßuhr (Genauigkeit 1 µm) befestigt war. Die Vorrichtung wurde so justiert, daß der Drehpunkt des Schwenkarms im Mittelpunkt des Führungskreises der Schiene lag und die Länge des Schwenkarms dem Radius der Führungsbahn entsprach. Es konnte nachgewiesen werden, daß sich beim Abtasten der Führungsbahn keine Ausschlagsänderung an der Meßuhr ergab. Der Radius der Führungsbahn wurde zu  $999,75 \pm 0,05$  mm bestimmt, was exakt mit dem halben Gitterradius übereinstimmt.

### 3.2.2 Die Aufbauten auf der Führungsschiene

*Der Präparathalter.* Die zu untersuchende Probe wird an einem Präparathalter am äußersten Ende der Führungsschiene befestigt. Auf einer Grundplatte ist ein dreh- und verschiebbarer Aufbau angebracht, der einen Schrittmotor (48 Schritte pro Umdrehung) trägt. An der Achse des Motors ist eine Scheibe mit maximal 11 Präparaten befestigt. Durch die definierte Winkeldrehung des Schrittmotors wird ge-

---

<sup>+)</sup> Firma Niederbichler, München

währleistet, daß die Präparate reproduzierbar vor dem Eintrittsspalt des Spektrometers gedreht werden können.

Bei der Prüfung der Apparatur, die ohne die Synchrotronstrahlung durchgeführt werden mußte, wurde der Präparathalter durch eine spezielle Röntgenröhre mit Glühkathode, Wehneltzylinder und gekühlter Anode ersetzt, mit der die charakteristische Röntgenstrahlung von einigen Substanzen, wie Graphit, Beryllium und Molybdän, primär angeregt werden konnte.

*Der Eintrittsspalt.* Eintritts- und Austrittsspalt wurden in einer Sonderanfertigung von der Firma Steinheil, München, hergestellt. Wesentlich an der bereits früher von Wiech<sup>7</sup> benützten Konstruktion ist, daß der Spalt mit einer Genauigkeit von 1  $\mu\text{m}$  im Bereich von 0 - 1 mm symmetrisch geöffnet und geschlossen werden kann, und daß die Bodenplatte mit einem Paßstift senkrecht unter der Spaltmitte versehen ist, der zum reproduzierbaren Aus- und Einbau des Spalts dient.

Der Spalt muß senkrecht auf dem Rowlandkreis stehen. Die entsprechende Justier-  
vorrichtung (Abb. 7) besteht aus einem um die Spaltmitte A in Strahlrichtung drehbaren Aufbau, der sich zusätzlich auf der Führungsschiene in radialer Richtung mit einem Feintrieb verschieben läßt. In die Bodenplatte des verschiebbaren Schlittens 13 ist der Justierstift 19 eingelassen. Dieser ist unten seitlich so weit abgeschliffen, daß bei Anschlag an der Führungsbahn der Drehpunkt A des Eintrittsspalts, der auf Teil 11 verstiftet ist, auf dem Rowlandkreis liegt. Durch den Zweipunktanschlag der Justiervorrichtung an der Führungsbahn läßt sich die Entfernung Eintrittsspalt-Gittermitte und damit der Einfallswinkel der Strahlung auf das Gitter durch Verschieben des Aufbaus längs des Führungskreises ohne Dejustierung verändern.

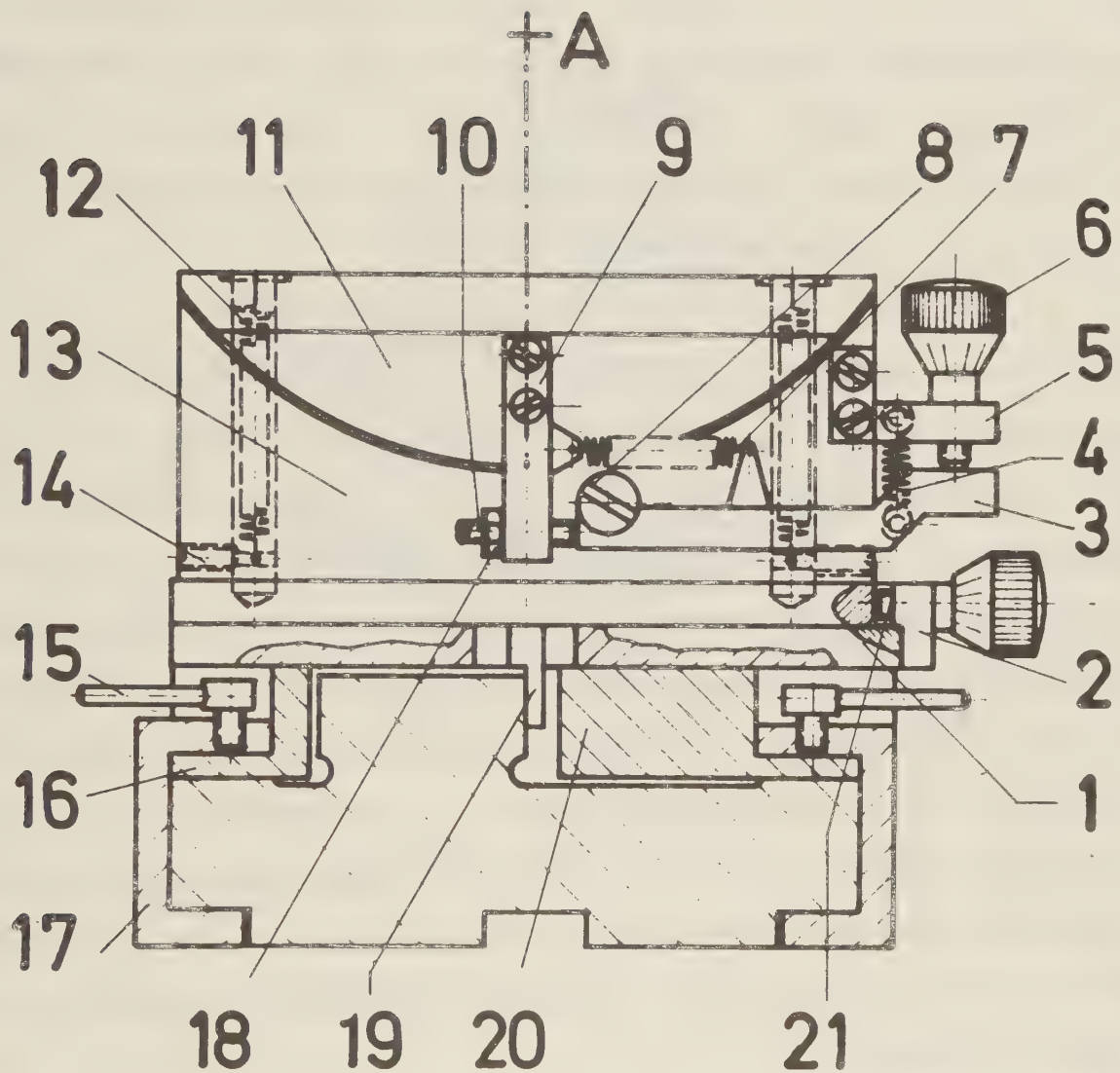


Abb. 7 Justiervorrichtung für den Eintrittsspalt. Der Mittelpunkt A des Eintrittsspalts befindet sich auf dem Rowlandkreis, wenn der Justierstift 19 an der Führungsbahn der Schiene anstößt.

*Der Gitterhalter.* Die Konstruktion des Gitterhalters wurde durch zwei Forderungen bestimmt. Erstens muß das Beugungsgitter mit Hilfe des Gitterhalters so justiert werden können, daß die Gitterfläche den durch die Führungsbahn erzeugten Zylinder tangiert, und daß ferner die Gitterfurchen senkrecht zum Rowlandkreis stehen. Zweitens war es in Anbetracht der neuartigen Spindelführung notwendig, daß der Gittermittelpunkt auf der vertikalen Drehachse der Antriebsspindellagerung zu liegen kommt. Außerdem ist bei der Konstruktion darauf geachtet worden, daß alle Justierbewegungen unabhängig voneinander sind, was sich später bei der Justierung als sehr vorteilhaft erwies.

Der Aufbau des Gitterhalters ist in Abb. 8 und 9 zu sehen. Ähnlich wie bei der Justiervorrichtung für den Eintrittsspalt trägt eine mit Klemmen an der Schiene befestigte Grundplattenvorrichtung den justierbaren Aufbau, bestehend aus der Spindellagerung und der Gitterhalterung. Die Spindellagerung ist durch die Verwendung von Duplexkugellagern in vertikaler und horizontaler Richtung spielfrei. Einsunten seitlich halb abgeschliffener Justierstift läßt sich nach Entfernung der Spindelbefestigungsschraube 25 (Abb. 9) durch das mit einer Bohrung versehene Drehteil 26 für die Spindellagerung schieben. Der Lagerkasten 14 (Abb. 8) samt Drehteil läßt sich dann bis zum Anschlag des halb abgeschliffenen Justierstifts an die Führungsschiene heranschieben, wodurch erreicht ist, daß sich der Schnittpunkt der beiden für die Spindel vorgegebenen Drehachsen senkrecht über dem Führungskreis befindet.

Zentrisch über der Lagerung für das Drehteil 26 (Abb. 9) ist der Drehteller 37 (Abb. 8) angeordnet, der die Drehung des Gitters 71 um die vertikale Achse ermöglicht. Hierzu dient ein seitlich angebrachter Hebel, mit dem reproduzierbar Drehungen des Gitters mit einer Einstellgenauigkeit von 10 Bogensekunden ausgeführt werden können.

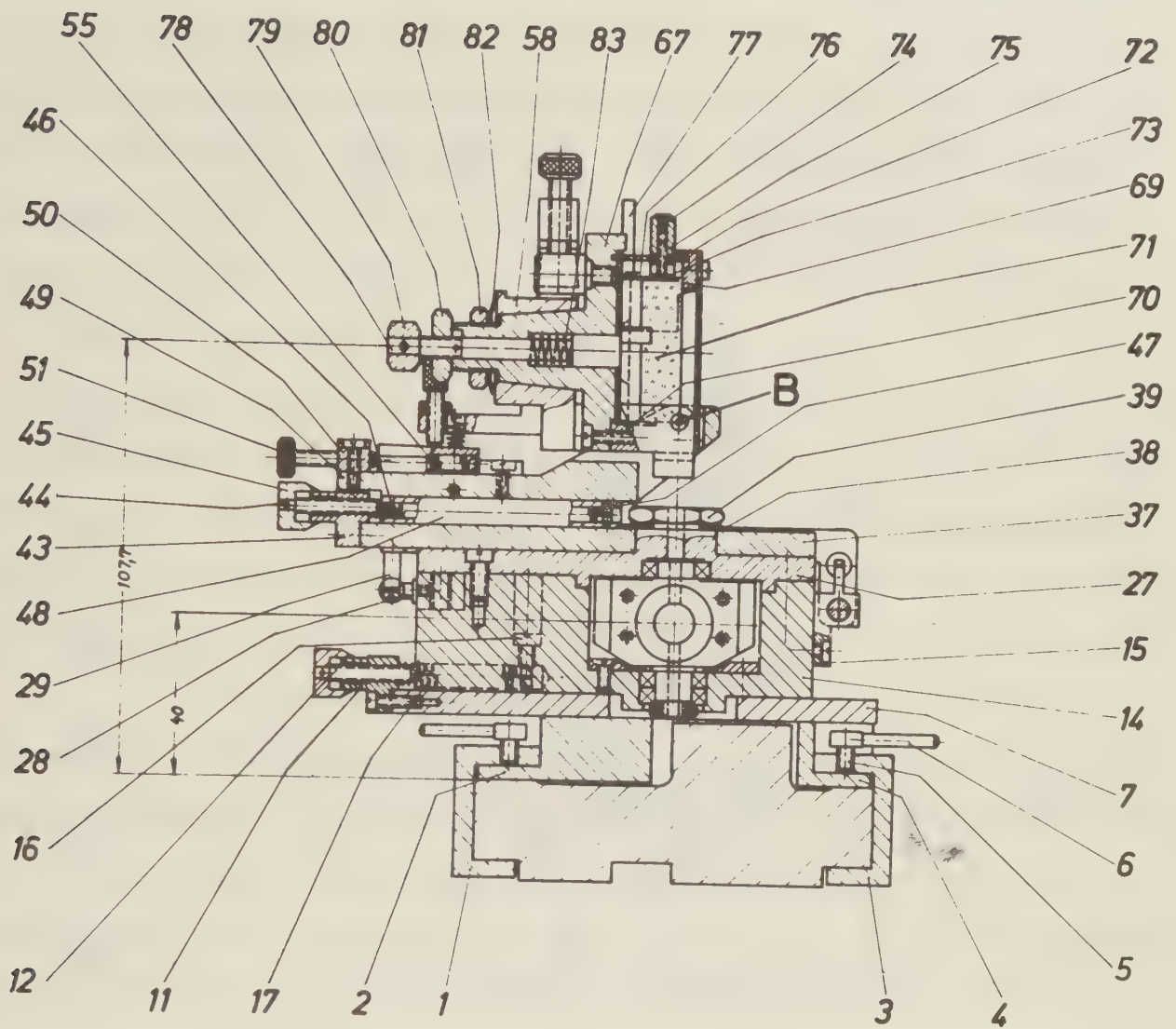


Abb. 8 Der Gitterhalter, Seitenansicht, Blickrichtung tangential zum Rowlandkreis von der Seite der Antriebsspindel

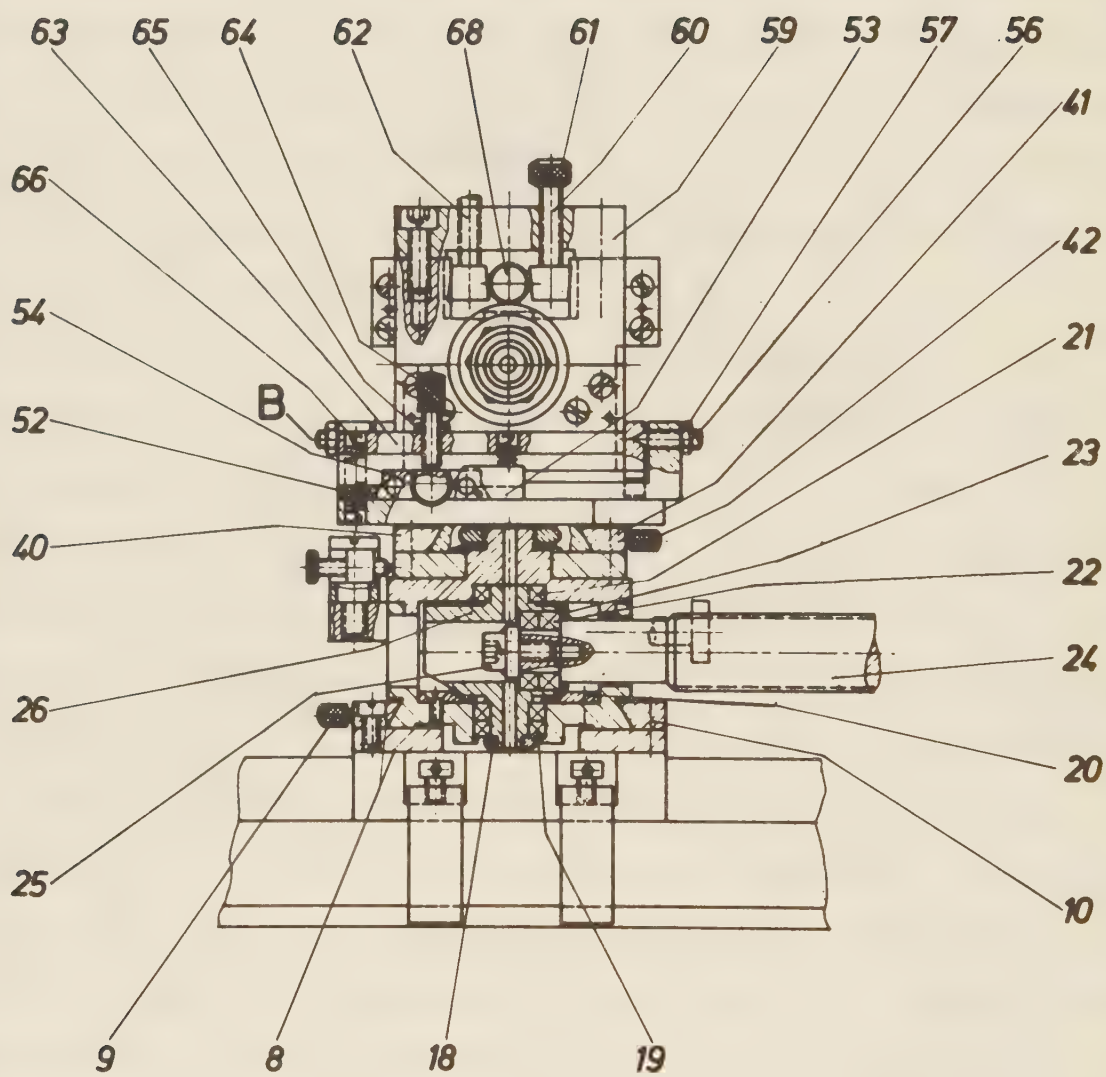


Abb. 9 Der Gitterhalter, Seitenansicht, Blickrichtung zum Rowlandkreismittelpunkt

Auf dem Drehteller befindet sich ein verschiebbarer Schlitten 49 (Abb. 8), mit dem das Beugungsgitter an den Rowlandkreis herangeschoben werden kann. Die Justierung dieser Bewegung geschieht durch Anschlag der Vorderfläche des Schlittens 49 an einem genau vermessenen Distanzstück (nicht eingezeichnet), das mit einem Paßstift versehen ist, der in der Bohrung von Teil 26 (Abb. 9) steckt. Das Distanzstück wurde so gefertigt, daß bei Anschlag die vordere untere Gitterkante (Drehachse B in Abb. 8) mit einer Genauigkeit von  $\pm 2 \mu\text{m}$  senkrecht über dem Führungskreis liegt.

Die Kippung des Beugungsgitters erfolgt um die Drehachse B (Abb. 8) und ist mit sehr großer Genauigkeit durch Verschiebung des Keils 54 (Abb. 9) durchführbar. Die Drehung des Beugungsgitters um eine horizontale Achse, die senkrecht auf der Gitterfläche steht, ist stark untersetzt durch Verschiebung des Konuspaares 60/62 (Abb. 9) möglich.

Ein wesentlicher Gesichtspunkt bei der Konstruktion des Gitterhalters war ferner, daß das Beugungsgitter reproduzierbar ausgetauscht bzw. aus- und eingebaut werden kann. Man erreicht dies durch einen Dreipunktanschlag der Gittervorderfläche in einer geeigneten Halterung. Der quaderförmige Glasklotz 71 (Abb. 8), dessen Vorderfläche das Beugungsgitter bildet, wird auf einer Trägerplatte 77 (Abb. 8) mit zweiseitigem Anschlag und mit Hilfe von vier Klemmfedern reproduzierbar eingespannt. Eine Führung in der Trägerplatte und entsprechend im Gitterhalter ermöglicht ein gefahrloses Einsetzen des Beugungsgitters. Nach Lösung einer Arretierung drückt der Bolzen 78 (Abb. 8) mit Hilfe von Feder 83 das Beugungsgitter gegen den Dreipunktanschlag.

*Die Antriebsspindel.* Die Antriebsspindel ist aus dem gleichen rostfreien Stahl hergestellt wie die Führungsschiene und deren Aufbauten. Nach der Grobbearbeitung und mehrmaligem Zwischenglühen durch unsere Werkstätte wurde die Spindel von der

Firma Deckel, München, geschliffen. Die Steigung der Spindel (1,0 mm) wurde sehr genau eingehalten. Dreht man die Spindel gemäß der Zahl aller Gewindegänge, so stellt man eine Abweichung der verschobenen Spindelmutter vom Sollwert von maximal  $\pm 20 \mu\text{m}$  fest<sup>+)</sup> . Die Spindel ist deshalb für Präzisionsmessungen geeignet.

*Der Detektorwagen.* Der Detektorwagen (Abb. 10) besteht aus einer Grundplatte 19, die auf Präzisionskugellagern fahrbar gelagert ist. Der Wagen rollt durch ein fest eingebautes Lagerpaar 17 an der Führungsbahn der Schiene entlang, da ein bewegliches Lagerpaar 25 mit Federn an die gegenüberliegende Bahn der Schiene gepreßt wird. Auf der Grundplatte befindet sich ein quer zur Fahrtrichtung verschiebbarer Aufbau 9, der eine Aussparung für die Spindel und eine spielfreie Lagerung für die drehbare Deckplatte 1 trägt. An den beiden (in Fahrtrichtung gesehenen) Enden der Deckplatte sind justierbare Kugellagerführungen 2 vorgesehen, an denen die Führungsflächen der beiden Spindelmuttern spielfrei auf- und abgleiten können. Die Deckplatte, die den Austrittsspalt trägt, wird dadurch stets in Richtung auf den Gittermittelpunkt gedreht. Eine zusätzliche Lagerführung an einer Spindelmutter dient dem Antrieb des Wagens. Die Spindelmuttern 5 und 6 sind aus einer Bronzelegierung hergestellt und nach Fertigstellung zweigeteilt worden. Seitlich angebrachte Führungsbolzen 16 drücken über Federn die beiden Mutternhälften zusammen. Durch diese Maßnahme wird der Wagen spielfrei durch die Spindel angetrieben.

Im Drehzentrum der Deckplatte befindet sich eine Bohrung 4 für einen unten seitlich halb abgeschliffenen Justierstab. Bei ausgebauter Spindel kann der Aufbau 9 durch Anschlag des Justierstifts an der Führungsbahn in einfacher Weise senkrecht über den Führungskreis justiert werden. Nach Ausbau des Justierstifts kann der Austrittsspalt, in dessen Bodenplatte senkrecht unter dem Spalt ein kurzer Paßstift für die Bohrung 4 sitzt, definiert eingebaut werden.

---

<sup>+)</sup>  Gemäß einer Auskunft der Firma Deckel

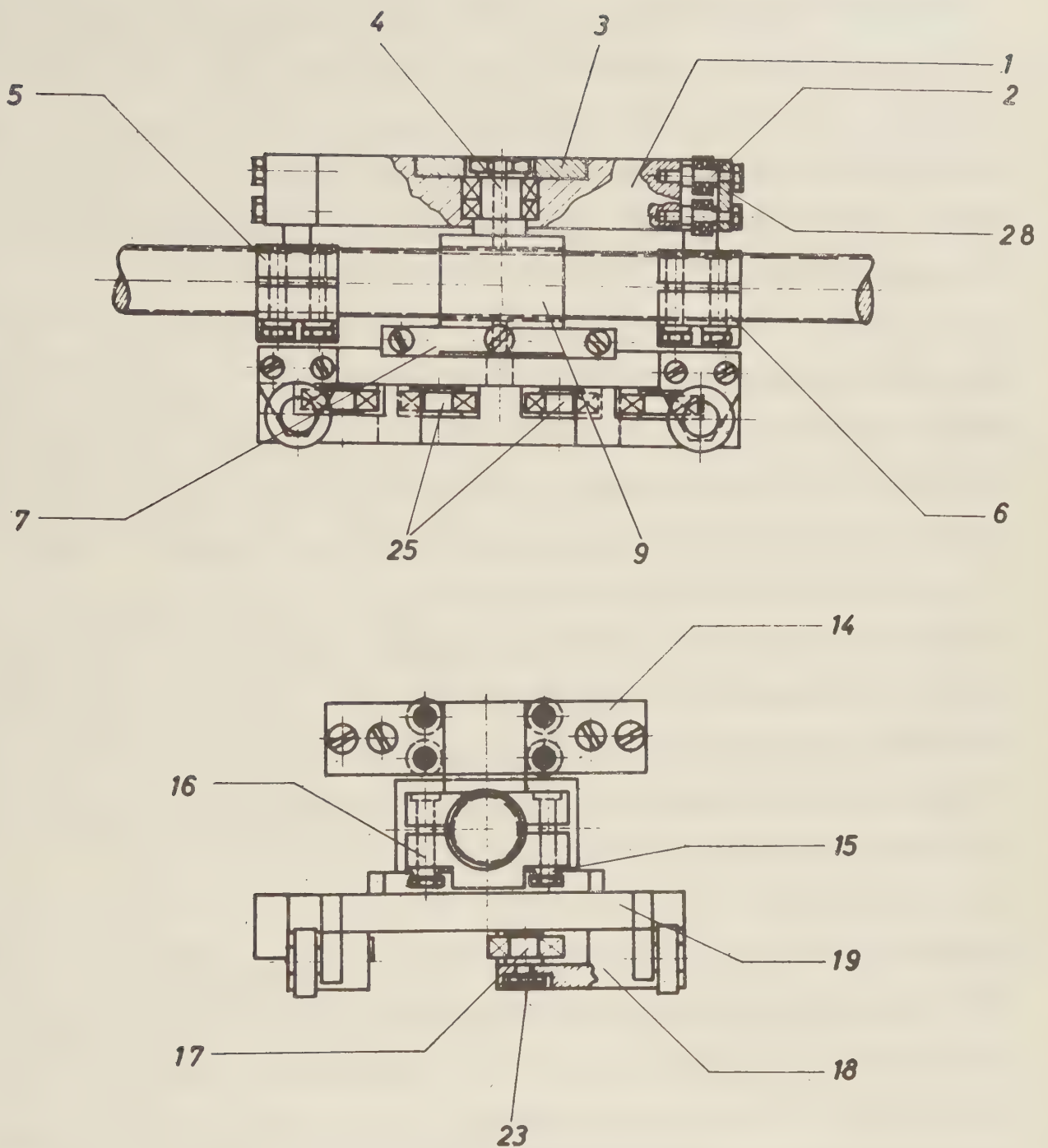


Abb. 10 Detektorwagen in zwei Seitenansichten, quer zur Fahrtrichtung (oben) und in Fahrtrichtung (unten).

Die Montage des Detektorwagens ist ein Teil des Justiervorgangs, da die Grund- und Deckplatte sehr gut horizontal justiert sein müssen. Nach dem endgültigen Zusammenbau konnte mit einer Meßuhr (Genauigkeit  $1\text{ }\mu\text{m}$ ) durch Abtasten der Plattenoberfläche in allen Richtungen keine Kippung aus der horizontalen Ebene nachgewiesen werden. Daraus ergibt sich, daß der Austrittsspalt senkrecht auf dem Rowlandkreis steht.

*Der Spindelantrieb und das Zählwerk.* Die Antriebsspindel ist abgesehen von der Drehung um ihre Längsachse in einer horizontalen Ebene um eine Drehachse beweglich, die senkrecht auf dem Führungskreis steht und auf der der Gittermittelpunkt liegt. Bei der Bewegung des Detektorwagens beschreibt der Antriebswagen, auf dem das freie Spindelende gelagert ist, einen Kreisbogen auf einer seitlich an der Führungsschiene angebrachten Laufplatte. Der Antriebswagen trägt auch den vakuumdicht eingekapselten Antriebsmotor und das Zählwerk. Gegenüber dem üblicherweise außen am Spektrometergehäuse angebrachten Antriebsmotor entfallen bei dieser Lösung die Drehdurchführung und komplizierte Vorrichtungen zur Übertragung des Vorschubs auf den Detektorwagen<sup>8</sup>.

Als Antriebsmotor wurde ein Schrittmotor mit Ansteuerungsgerät<sup>+</sup>) verwendet. Die Verwendung dieses erst seit kurzem im Handel befindlichen Motortyps bietet folgende Vorteile. Die Einstellgenauigkeit pro Schritt beträgt  $0,09^\circ$  und ist gemäß der Konstruktion des Motors nichtakkumulativ. Dadurch ist das bei allen anderen Motortypen vorhandene Nachlaufspiel ausgeschaltet. Der Motor wird über das Ansteuergerät pulsweise von Schritt zu Schritt geschaltet. Durch Veränderung der Pulsfrequenz läßt sich die Schrittfrequenz verändern. Ein Getriebe ist daher für den Motor nicht erforderlich. Ein spielfreies Zahnradpaar überträgt die Drehung der Motorachse auf die Spindel und bewirkt durch die gewählte Untersetzung,

---

<sup>+</sup>) Schrittmotor: SLO SYN HS 25, Ansteuergerät: SP 1800 BX-5, Hersteller:  
Superior Electric Comp. Bristol, Conn., USA

daß einem Schritt des Motors (entsprechend einer Winkeldrehung von  $1,8^\circ$ ) eine Verschiebung des Detektorwagens von  $2,5 \mu\text{m}$  entspricht.

Die Bestimmung der Entfernung Gittermitte-Austrittsspalt läßt sich durch Zählen der Spindeldrehungen mit Hilfe eines mechanischen Zählwerks durchführen, das nach dem Vorbild des Kilometerzählers in Kraftfahrzeugen konstruiert wurde und aus dem Kunststoff Hostaform C hergestellt ist. Das Zählwerk ist fünfstellig ausgelegt und betätigt mit Zehnerunterteilung Schaltkontakte. Durch die gewählte Zahnradübersetzung schalten 4 Schritte des Motors (entsprechend  $10 \mu\text{m}$  Detektorvorschub) die Einerstelle des Zählwerks um eine Einheit weiter. Die Stellung des Zählers wird auf einem Datenmelder<sup>+)</sup>  angezeigt.

Die Justierung des Zählwerks geschieht auf folgende Weise. Man fährt nach dem Aufbau des Spektrometers den Detektorwagen nahe an den Gitterhalter heran und mißt unter Verwendung der Justierstifte den Abstand Gittermitte-Austrittsspalt auf  $0,01 \text{ mm}$  genau. Man dreht nun das Zählwerk von Hand auf die Ziffernfolge, die sich bei der Abstandsmessung als Wert der Entfernung Gittermitte-Austrittsspalt in Hundertstel Millimetern ergab und koppelt das Zählwerk an das Antriebszahnrad der Spindel. Die auf dem Datenmelder angezeigte Ziffernfolge gibt dann bei allen Bewegungen des Detektorwagens den Wert der Entfernung Gittermitte-Austrittsspalt in Hundertstel Millimetern an.

### 3.2.3 Die Justiervorrichtung für die Fokussierungsspiegel

Die beiden Fokussierungsspiegel dienen dazu, die Synchrotronstrahlung durch Totalreflexion auf das Präparat zu fokussieren. Die Lagerung der beiden sphärischen Spiegel (Radius  $10 \text{ m}$ , reflektierende Fläche je  $15 \times 200 \text{ mm}^2$ ) ist mit einer Vorrichtung versehen, mit der sich der mittlere Reflexionswinkel zwischen  $0$  und  $5^\circ$  variieren läßt.

---

+) Hersteller: Firma Siemens & Halske

### 3.2.4 Das Spektrometergehäuse

Das Spektrometergehäuse wurde als quaderförmiger Aluminiumtank mit den Innenmaßen  $128 \times 64 \times 23 \text{ cm}^3$  bei DESY hergestellt. Die Deckplatte ist mit einem Rundschnurring abgedichtet. Am Boden des Gehäuses sind die beiden Vakuumpumpen angeflanscht. In den Seitenflächen befinden sich außer drei größeren Öffnungsluken zwei einander gegenüberliegende Flanschpaare, durch die die Strahlung in Emissions- und Absorptionsstellung (Abb. 5) ein- und austreten kann. Der Boden des Gehäuses weist eine Ebenheit von  $\pm 0,1 \text{ mm}$  auf und biegt sich beim Evakuieren maximal um  $0,13 \text{ mm}$  nach innen. Nach dem Modell des beiderseits eingespannten Trägers wurde eine Durchbiegung von  $0,10 \text{ mm}$  berechnet. Die frei aufliegende Deckplatte verbiegt sich beim Evakuieren um  $1,1 \text{ mm}$ . Das Spektrometergehäuse ist in Strahlhöhe, d.h.  $1,5 \text{ m}$  über dem Fußboden auf einem Gestell aufgebaut, das gleichzeitig die Vorpumpe, die Turbomolekularpumpe, die Ionengetterpumpe und die Pumpensteuerung aufnimmt.

*Das Vakuumsystem.* Das Vakuum im Spektrometergehäuse wird durch eine Vorpumpe und eine Turbomolekularpumpe mit einem Saugvermögen von  $250 \text{ l/sek}$  erzeugt. Eine Ionengetterpumpe mit gleicher Saugleistung kann bei einem Druck unter  $10^{-5} \text{ Torr}$  eingeschaltet werden. Der erreichbare Enddruck liegt knapp unter  $10^{-6} \text{ Torr}$ . Ein Druck von  $2 \times 10^{-6} \text{ Torr}$  wird nach kurzzeitigem Belüften (ca.  $5 \text{ min}$ ) innerhalb von  $4 \text{ Std.}$ , sonst innerhalb von  $10 \text{ Std.}$ , erreicht. Das Spektrometergehäuse wurde in ein Vakuuminterlock eingegliedert, das im Beobachtungsbunker bei DESY zum Schutz der beiderseits angeschlossenen Vakuumsysteme und der Vakuumpumpen vorgesehen ist. Über eine automatische Steuerung schließen alle Ventile, wenn der Druck im Gehäuse den Wert  $10^{-4} \text{ Torr}$  überschreitet.

### 3.3 Die Justierung des Spektrometers

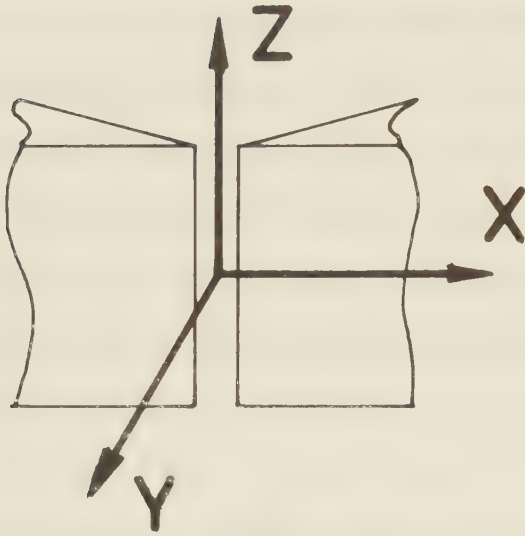
Rathenau und Peerlkamp<sup>9</sup> diskutierten in einer ausführlichen Arbeit alle Parameter, die das Auflösungsvermögen von Gitterspektrographen mit streifendem Einfall bestimmen. Außerdem gaben sie ein Justierverfahren an, das jedoch mühsam und zeitraubend ist. Für das vorliegende Spektrometer wurde daher ein neues Justierverfahren angewandt, das auf der Verwendung einer mit einem Meßmikroskop ausgerüsteten Fräsbank beruht. Das fest eingespannte Mikroskop läßt sich vertikal und horizontal verschieben, so daß die Kanten der Spalte und des Beugungsgitters parallel zur Laufrichtung der Fräsbank einjustiert werden können. Die absolute Genauigkeit der Ablesung beträgt  $\pm 2 \mu\text{m}$ , bei Verfolgen einer Kante mit parallellaufender Fräsbank  $1 \mu\text{m}$ .

Wie schon erwähnt, wird die Justierung des Spektrometers durch die Forderung bestimmt, daß die Spalte und das Gitter auf dem Rowlandkreis liegen, daß die Spalte und die Gitterfurchen senkrecht auf dem Rowlandkreis stehen und die Mittelsenkrechte des Beugungsgitters auf den Mittelpunkt des Rowlandkreises zeigt. Wir führen zur Beschreibung der Justierung drei körperfeste Koordinatensysteme (Abb. 12) ein, deren Achsen X, Y, Z mit den entsprechenden Indizes E für Eintrittsspalt, G für Gitter und A für Austrittsspalt versehen werden.

#### 3.3.1 Justierung der geradlinigen Bewegungen

Die Konstruktion der Aufbauten auf der Führungsschiene wurde so ausgelegt, daß die Mittelpunkte der drei Koordinatensysteme in gleicher Höhe liegen. Diese Justierung muß wegen der in Z-Richtung ausgedehnten Spalte nicht allzu genau sein und wurde auf  $\pm 0,1 \text{ mm}$  eingehalten. Die Justierung in X-Richtung erfolgt in einfacher Weise durch Anschlag der an den Halterungen des Gitters und der Spalte angebrachten Justierstifte an der Führungsbahn der Schiene. Für die Justierung in Y-Richtung ist lediglich maßgebend, daß die Entfernung Eintrittsspalt-Gittermitte gleich der Sehne auf dem Führungskreis ist, die dem geforderten Einfallswinkel zugeordnet ist.

SPALT



GITTER

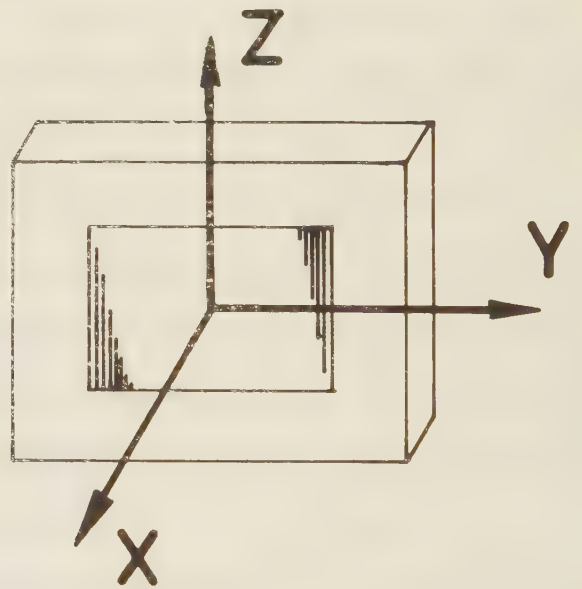


Abb. 12 Koordinatensystem für Beugungsgitter und Spalte

Für die vorliegenden Untersuchungen wurde der Eintrittsspalt in einer Entfernung von 113,55 mm (mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,01$  mm) von der Gittermitte angebracht, wodurch ein Einfallswinkel auf das Beugungsgitter von  $86^{\circ} 45'$  festgelegt ist. Die Entfernung Austrittsspalt-Gittermitte kann am Zählwerk abgelesen werden, dessen Justierung in Kap. 3.2.2 beschrieben ist.

### 3.3.2 Justierung der Drehbewegungen

Drehungen um die Achsen  $X_A$  und  $X_E$  sind unkritisch und erfordern keine Justierung. Die Spalte wurden um die Achsen  $Z_A$  und  $Z_E$  nach Augenmaß so gedreht, daß die Strahlung senkrecht auf die Spaltebenen traf. Ein kleiner Fehler würde nur geringfügig die effektive Spaltbreite beeinflussen. Die einzige kritische Justierung der Spalte ist die Drehung um die Achsen  $Y_A$  und  $Y_E$ . Die Justierung der Drehung um  $Y_A$  wurde mit dem Meßmikroskop der Fräsbank durchgeführt. Bei engem Spalt wurde das Fadenkreuz in Höhe des Rowlandkreises auf die Spaltmitte eingestellt. Verfährt man das Mikroskop mit der Fräsbank vertikal längs der Spaltmittellinie, so läßt sich gut überprüfen, ob der Spalt senkrecht steht. Eine Nachjustierung erfolgt mit Hilfe des Doppelhebels 3 an der Justiervorrichtung (Abb. 7). Diese Justierung läßt sich mit einer Genauigkeit von 10 Bogensekunden ausführen.

Durch die bereits beschriebene Horizontaljustierung der Deckplatte des Detektorwagens steht auch der Austrittsspalt senkrecht auf dem Rowlandkreis. Eine Kontrolle mit dem Mikroskop bestätigte dies.

Die Einstellungen des Gitters bezüglich der Achsen  $X_G$ ,  $Y_G$ ,  $Z_G$  müssen sehr genau justiert werden. Zunächst müssen die Gitterfurchen senkrecht zur Ebene des Rowlandkreises gestellt werden. Für diese Justierung, die mit Hilfe des Konuspaars 60/62 (Abb. 9) erfolgt, gibt es zwei Justiermöglichkeiten.

Eine Möglichkeit besteht darin, daß man die Übergangszone zwischen geritzter und ungeritzter Fläche auf dem Beugungsgitter mit dem Meßmikroskop der Fräsbank betrachtet und geeignet beleuchtet. Es ist dann stets möglich, die Beleuchtung so zu wählen, daß dieser Übergang scharf als Kante zwischen zwei verschiedenen hellen Flächen erscheint. Diese Kante wird unter Beobachtung mit dem Fadenkreuz durch Drehen um die Achse  $X_G$  senkrecht gestellt.

Eine zweite, einfache Art der Justierung ist im Spektrometergehäuse mit Hilfe eines Lasers<sup>+)</sup> durchführbar. Bei weit geöffnetem Eintrittsspalt läßt man einen horizontal justierten Laserstrahl auf das Beugungsgitter streifend fallen und erhält einen Reflex erster Ordnung, dessen Winkellage bei bekannter Laserwellenlänge und Gitterstrichzahl aus der Gittergleichung berechnet werden kann. Man markiert in der Entfernung von einigen Metern den Reflex und dreht das Gitter um die Achse  $Z_G$ , bis der Reflex der 0. Ordnung in der Nähe dieser Marke liegt. Für die 0. Ordnung wirkt die Gitteroberfläche nur als Spiegel. Dieser Reflex, den man ebenfalls markiert, ist daher ein Maß für die Richtung des Laserstrahls. Der Reflex 1. Ordnung dagegen wird in einer zu den Gitterstrichen senkrechten Richtung abgestrahlt. Fallen daher die Höhenlagen des Reflexes aus 0. und 1. Ordnung nicht zusammen, dann stehen auch die Gitterfurchen nicht senkrecht zur Strahlrichtung des Lasers.

Diese Justierung ist dann besonders zweckmäßig, wenn ein Beugungsgitter gegen ein anderes ausgetauscht werden soll, ohne daß das Spektrometer aus dem Gehäuse genommen werden kann. Es ist dies die einzige Justierung, die bei sonst justiertem Spektrometer und Dreipunktanschlag des Gitters beim Austausch des Gitters notwendig ist, da die Gitterfurchen bei verschiedenen Gittern nicht senkrecht und parallel zu den äußeren Begrenzungen verlaufen.

---

+) Für die Mitteilung dieser Justiermethode danke ich Herrn Dr. C. Kunz

Die Drehung des Gitters um die Achse  $Y_G$  ist ersetzt durch die Drehung um die vordere untere Gitterkante (Drehachse B in Abb. 8). Zur Durchführung der Justierung wird in den Gitterhalter ein Plexiglasstück (mit ebener Oberfläche) von der Größe des Beugungsgitters eingespannt. Die Vorderkante des Plexiglasstücks wird - seitlich in Richtung der Achse B gesehen - mit dem Meßmikroskop vertikal durch Verschieben von Keil 54 (Abb. 9) justiert. Danach wird das Beugungsgitter wieder eingebaut.

Die empfindlichste und für die Absolutbestimmung der Wellenlänge wichtigste Justierung ist die Drehung des Beugungsgitters um die Achse  $Z_G$  derart, daß das Gitter den Rowlandkreis tangiert. Diese Justierung erfolgte in zwei Stufen. Der Grundaufbau des Gitterhalters schlägt an zwei symmetrisch zur Drehachse  $Z_G$  liegenden Klötzen 2 (Abb. 8) am Führungskreis an. Die Verbindungslinie dieser beiden Berührungspunkte am Führungskreis gibt die Richtung an, die die Gitteroberfläche tangieren muß. Die Vorderfläche der Platte 7 (Abb. 8) verläuft parallel zu dieser Richtung. Mit einer in dem Fräskopf eingespannten Meßuhr wurde diese Richtung auf ein anstelle des Gitters eingebautes Plexiglasstück übertragen. Da die Vorderfläche der Platte 7 nicht ganz eben war, ließ sich diese Justierung nicht genau genug durchführen. - Zur Feinjustierung wurde röntgenoptisch die Lage der 0. Ordnung mit engen Spalten bestimmt. Da die Entfernung Eintrittsspalt-Gittermitte sehr genau vermessen war, wurde das Gitter mit der Justierschraube so gedreht, daß das Maximum der 0. Ordnung genau in dieser Entfernung  $l_0$  von der Gittermitte lag. Die Verschiebung des Maximums der 0. Ordnung  $\Delta l_0$  (längs der Spindel gemessen) bestimmt sich in einfacher Weise aus dem Drehwinkel  $d\psi$  des Gitters zu

$$\Delta l_0 = 4r \, d\psi \sqrt{1 - \frac{l_0^2}{4r^2}} \approx 4r d\psi, \quad (7)$$

wo  $r$  der Radius der Führungsschiene ist. Demnach entspricht bei  $r=1$  m einer Winkeldrehung um  $d\psi = 5 \times 10^{-4}$  rad (gleichbedeutend mit einer vollen Umdrehung der Justierschraube) eine Verschiebung der 0. Ordnung von  $\Delta l_0 = 2,0$  mm. Stimmt die Lage des Maximums der 0. Ordnung nicht exakt mit dem Wert des Abstandes Eintrittsspalt-Gittermitte überein, dann ergibt sich allgemein eine Verschiebung des Spektrums längs des Führungskreises. Die Verschiebung einer monochromatischen Linie der Wellenlänge  $\lambda$ , der eine Entfernung  $l$  zwischen Gittermitte und Austrittsspalt entspricht, um den Betrag  $\Delta l$  (längs der Spindel gemessen) läßt sich nach geometrischen Überlegungen in Einheiten der Linienverschiebung  $\Delta l_0$  der 0. Ordnung angeben zu

$$\frac{\Delta l}{\Delta l_0} = \frac{1}{2} \left( \frac{l_0}{1} + 1 \right) \sqrt{\frac{4r^2 - 1^2}{4r^2 - l_0^2}} \approx \frac{1}{2} \left( \frac{l_0}{1} + 1 \right). \quad (8)$$

Ist daher die Lage der 0. Ordnung (unter Verwendung enger Spalte) gemessen worden, so läßt sich auch bei fehlerhafter Justierung eine Absolutbestimmung der Wellenlänge durchführen. Die gleichzeitig auftretende geringfügige Defokussierung bei kleiner Dejustierung der Gitterdrehung um die Achse  $Z_G$  kann im allgemeinen vernachlässigt werden.

### 3.3.3 Genauigkeit der Justierung

Der Einfluß der Justierfehler auf das Auflösungsvermögen<sup>7</sup> läßt sich folgendermaßen abschätzen. Die Einstellung der Spalte durch Drehung um die Achsen  $Y_E$  und  $Y_A$  erfolgt mit einer Genauigkeit von  $10''$ , dem entspricht ein Fehler von je  $0,0025 \text{ \AA}$ , die Drehung um die Achse  $Z_G$  ist mit einer Genauigkeit von  $5''$  ausführbar, entsprechend einem Fehler von  $0,001 \text{ \AA}$ , während die Ungenauigkeiten der anderen Einstellungen vernachlässigbar klein sind. Daraus ergibt sich, daß man mit einer durch die Justierung bedingten Fehlerbreite von  $\pm 0,005 \text{ \AA}$  zu rechnen hat. Dieser Fehler ist klein gegen die im günstigsten Fall nach Gl. (6) erreichbare theoretische Auflösung von  $0,025 \text{ \AA}$  (Gitter mit 2400 Linien/mm; Spaltbreiten  $10 \text{ \mu m}$ ).

### 3.4 Der Detektor und die elektronischen Geräte

Der Detektor des Spektrometers muß verschiedenen Bedingungen genügen. Neben hoher Empfindlichkeit im Wellenlängenbereich von 30 - 500 Å und Linearität der Anzeige über Intensitätsbereiche von mehreren Größenordnungen (entsprechend einer kleinen Totzeit) ist ein geringer Nulleffekt erforderlich. Erwünscht ist die Kenntnis der Ausbeute in Abhängigkeit von der Wellenlänge. Außerdem soll der Detektor möglichst keinen Alterungseffekt aufweisen, und ferner muß die wirksame Fläche des Detektors größer sein als die Fläche des Austrittsspalt des Spektrometers.

Einen Detektor, der alle diese Bedingungen erfüllt, gibt es bisher nicht. Vergleicht man die verschiedenen verfügbaren Arten von Detektoren, so scheidet der Film aus Gründen der Empfindlichkeit aus, Kristallumineszenzdetektoren sind wegen Alterungseffekten nicht vorteilhaft. Halbleiterzähler mit lichtempfindlichen Übergangszonen wurden in jüngster Zeit entwickelt, sind aber im Bereich ultraweicher Röntgenstrahlen noch nicht erprobt worden. Ein von Grodski 1966 beschriebener Detektor<sup>10</sup>, der mit Nachbeschleunigung der Photoelektronen arbeitet, ist wegen der Verwendung eines Szintillators und Photomultipliers und wegen der hohen Beschleunigungsspannung (20 kV) relativ aufwendig und läßt sich wegen seiner Größe nicht auf dem Detektorwagen unterbringen. Es bleiben danach noch zwei Möglichkeiten, nämlich die Verwendung eines Durchflußzählrohrs oder photoelektrische Detektoren, bei denen durch Sekundärelektronenemission eine Verstärkung erzielt wird.

#### 3.4.1 Das Durchflußzählrohr

Für die ersten Testversuche wurde ein Durchflußzählrohr gebaut, wie es in ähnlicher Form von Läger<sup>11</sup> beschrieben worden ist. Als Zählgas diente reines Methan. Das Eintrittsfenster ( $0,3 \times 10 \text{ mm}^2$ ) war mit einer 2 µm dicken Folie aus Kunststoff<sup>+</sup> abgeschlossen. Der Innendurchmesser des Zählrohrs betrug 2,5 cm. Durch Messung

---

<sup>+</sup>) Hersteller: Firma Steiner, Erndtebrück

der Impulshöhenverteilung mit einem Vielkanalanalysator wurden die optimalen Werte für die Spannung (900 V), den Druck (22 Torr) und die Verstärkung (400-fach) ermittelt. Ein Druck im Zählrohr über 70 Torr verhinderte weitgehend die Ausbildung einer Entladung, bei höheren Spannungen als 900 V traten häufig Durchschläge auf.

Die Ausbeute des Zählrohrs hängt von der Absorption im Zählgas und damit vom Druck ab. Aus den oben genannten Gründen ist man auf einen Druckbereich um 30 Torr beschränkt, bei dem die Absorption von Strahlung der Wellenlänge  $44,8 \text{ \AA}$  (Kohlenstoff K-Emissionsbande) rund 13 % beträgt<sup>12,13</sup>. Versuche ergaben, daß die Fensterfolie bei dieser Wellenlänge eine Transmission von 52,5 % besaß. Die absolute Ausbeute des Zählrohrs für die C K-Strahlung betrug daher rund 7 %. Man hätte nun versuchen können, durch geeignete Maßnahmen, z.B. ein anderes Zählgas die Ausbeute um eine Größenordnung zu steigern. Aber beim Betrieb des Zählrohrs zeigte sich, daß durch das Einleiten des Zählgases und durch die Fensterfolie häufig Lecks entstanden, die sich nur mit großem Aufwand beheben ließen. Diese Störungen schienen untragbar im Hinblick auf die Forderung, daß im Spektrometergehäuse auch dann ein gutes Vakuum vorhanden sein muß, wenn an anderen Apparaturen mit der Synchrotronstrahlung gemessen wird. Außerdem wird das Zählrohr wegen der zunehmenden Absorption der Strahlung in der Fensterfolie im Wellenlängenbereich über  $60 \text{ \AA}$  allmählich unempfindlich. Es mußte daher ein anderer Detektor für das Spektrometer verwendet werden. Die Messungen mit dem Zählrohr waren indessen für die Bestimmung der absoluten Ausbeute des im nächsten Abschnitt beschriebenen Multipliers nötig, worauf in Kap. 3.4.2.4 nochmals eingegangen wird.

### 3.4.2 Der Multiplier

#### 3.4.2.1 Allgemeines

Wegen ihrer Empfindlichkeit und einfachen Handhabung im Vakuum haben die Sekundärelektronenvervielfacher (SEV) mit kontinuierlichen Dynoden in jüngster Zeit große Bedeutung erlangt. Zur Zeit sind zwei Typen im Handel, der offene SEV mit Magnetfeld<sup>+)</sup>  und das Channeltron<sup>+)</sup> , bei dem die Elektronenlawine allein durch ein elektrisches Feld erzeugt wird. Infolge ungünstiger geometrischer Lage der Empfängerfläche relativ zu den Dynoden<sup>14</sup> hat der offene SEV mit Magnetfeld eine kleinere Empfindlichkeit als das Channeltron. Da es auf hohe Empfindlichkeit ankommt, wäre ein SEV mit der Ausbeute des Channeltrons, aber mit einer dem Austrittsspalt des Spektrometers angepaßten Empfängerfläche von  $0,5 \times 10 \text{ mm}^2$  am vorteilhaftesten. Unter Ausnutzung des Channeltron-Prinzips haben Kanayama et al.<sup>15</sup> und Nilsson et al.<sup>16</sup> einen Multiplier angegeben, der diese Eigenschaften besitzt und überdies den Vorteil hat, daß man ihn selbst herstellen kann. Nachteilig ist, daß in Abhängigkeit vom Druck und der Impulszahl eine Alterung des Multipliers auftritt, die im wesentlichen durch eine Abnahme des Verstärkungsfaktors zustande kommt. Für die Messung der Spektren sowie für die noch zu besprechende Messung der Referenzstrahlung ist es aber erforderlich, daß über eine Zeit bis zu 40 Stunden bei Zählraten bis zu  $10^6$  Imp/min keine Änderung der Nachweisempfindlichkeit eintritt.

Als Ursachen des Alterungseffektes sowohl des offenen SEV mit Magnetfeld als auch des Channeltrons wurden in der Literatur der Niederschlag von Pumpenölen auf den Dynoden<sup>15,16</sup>, ein Abdiffundieren von an den Dynodenschichten adsorbierten Gasen<sup>17,18</sup> und eine Zerstörung der Dynodenflächen<sup>19,20</sup> während des Betriebs diskutiert.

Alle bisher verwendeten Dynodenoberflächen bestehen aus halbleitenden Metalloxid-

---

<sup>+)</sup>  Hersteller: Firma Bendix, Southfield, Mich., USA

schichten oder aus reinen Aluminiumoxidschichten<sup>15</sup>, die besonders gut Sekundärelektronen abgeben. Nach einer Beobachtung von Wiech<sup>7</sup> geht das chemisch und thermisch sehr stabile Aluminiumoxid im Ultrahochvakuum auf der Anode einer Röntgenröhre beim Beschuß mit 3 keV Elektronen allmählich in Aluminium über. Da die Bindungsenergie des Aluminiumoxids nur einige Elektronenvolt beträgt, liegt es nahe, anzunehmen, daß diese Umwandlung auch während der einzelnen Beschleunigungsschritte in der Dynodenoberfläche auftritt, da die Energie pro Schritt zwischen 20 und 100 eV liegt. Eine Reduktion des Oxids zum Metall verändert die Leitfähigkeit und die Feldverhältnisse im Multiplier und damit auch die Verstärkung. Die Annahme, daß die Reduktion der Metalloxide in den Dynodenschichten eine wesentliche Ursache für den Alterungsprozeß ist, könnte auch den stets nach dem Belüften oder nach Ruhepausen beobachteten Erholungseffekt als eine Reoxidation des Metalls erklären. Hierbei dürfte allerdings auch die Adsorption von Gasen zusätzlich eine Rolle spielen.

#### 3.4.2.2 Herstellung des Multipliers

Da die Entwicklung eines Multipliers, der weitgehend frei von Alterungseffekten ist, lohnend erschien, wurden Multiplier mit Dynodenschichten aus reinen Elementen<sup>21</sup> hergestellt und erprobt.

Nur einige halbleitende Elemente kommen auf Grund ihrer chemischen und elektrischen Eigenschaften als Dynodenmaterial in Betracht. Das Schichtmaterial darf sich unter dem Einfluß von Zimmerluft nicht verändern, ferner muß die Dicke der Dynodenschichten einerseits von der Größenordnung der Eindringtiefe für sekundäre Elektronen sein, andererseits müssen die Schichten so dünn sein, daß sie bei den gewählten Abmessungen der Dynodenplatten einen Widerstand von 300 - 3000 M $\Omega$  besitzen.

Es war möglich, Multiplier mit Dynodenschichten aus den Elementen Bor, Kohlenstoff oder Germanium herzustellen, obwohl alle diese Materialien eine hohe Austrittsarbeit

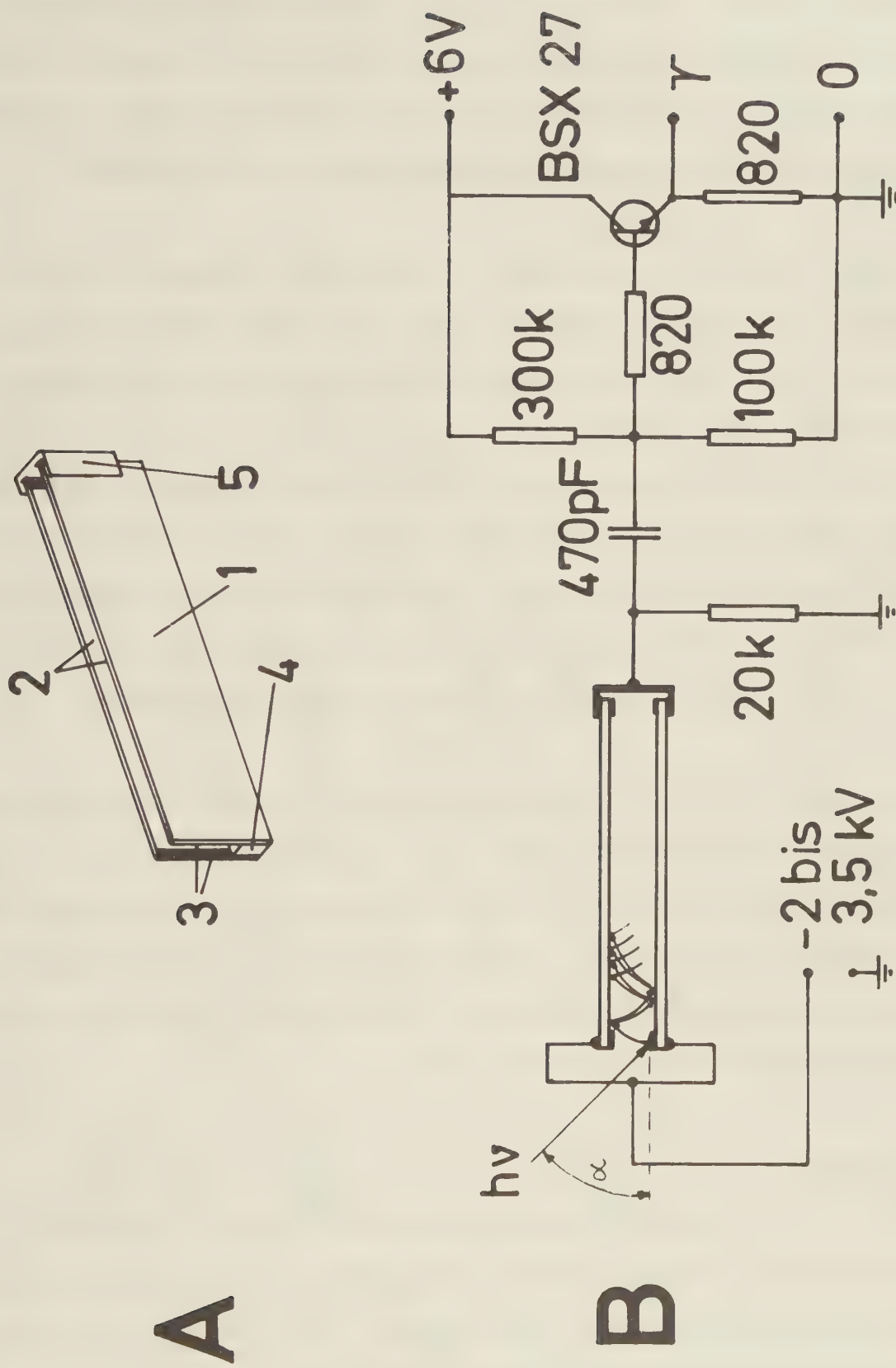


Abb. 13 A. Aufbau des Multipliers. 1 Glasplatten, 2 Kohleschichten, 3 Eintrittskontakte, 4 Distanzstück, 5 Kollektorblech.  
 B. Schematisiert angeordnete Wirkungsweise und Schaltung des Multipliers mit Emitterfolger.  
 ( $\alpha$  = Einfallswinkel)

für Elektronen aufweisen. Borschichten wurden durch den Einfluß feuchter Luft zerstört, während Germaniumschichten auch bei größerer Dicke einen allzu hohen Widerstand besitzen und sich nicht reproduzierbar herstellen lassen. Im folgenden werden daher nur die Erfahrungen mit Kohlenstoffschichten beschrieben.

Der Aufbau des Multipliers ist aus Abb. 13 A zu ersehen. Kohlenstoff wird bei einem Druck von 4 bis  $8 \times 10^{-5}$  Torr mit Hilfe einer Elektronenkanone auf zwei Glasplatten (je  $75 \times 20 \text{ mm}^2$ ) aufgedampft, bis der Widerstand in der Längsrichtung einer Platte 300 - 3000 M $\Omega$  beträgt. Zur Messung des Widerstands sind die Platten an den Enden mit Kontaktstreifen aus Leitsilber oder aufgedampften Goldschichten versehen. Auf die mit Kohlenstoff bedampften Kontaktstreifen wird erneut eine dicke Goldschicht aufgedampft. Die beiden Platten werden parallel zueinander im Abstand von 1,5 mm aufgebaut, die Strahlung trifft unter einem Winkel  $\alpha$  von 5 bis  $25^\circ$  auf einen der beiden als Kathode wirkenden Goldstreifen.

Das Schaltschema ist in Abb. 13 B gezeigt. Die Einsatzspannung, bei der die ersten Impulse gezählt werden (Impulshöhe größer als 2 mV), liegt zwischen 1,5 und 2 kV. Der Nulleffekt beträgt weniger als 1 Imp/min. Bei höheren Einsatzspannungen zeigen die Multiplier im allgemeinen eine geringere Ausbeute. Aus Versuchen ergab sich, daß inhomogene oder zu dünne Schichten bzw. fehlerhafte Kontaktstreifen völliges Versagen oder hohen Nulleffekt zur Folge haben.

#### 3.4.2.3 Lebensdauer

In den Abb. 14 bis 16 sind die Ergebnisse eines Lebensdauertests dargestellt. Die Versuche wurden in einem Rezipienten durchgeführt, der mit einer Öldiffusionspumpe auf einen Druck von  $2 \times 10^{-7}$  Torr evakuiert wurde. Charakteristische Röntgenstrahlung von Kohlenstoff wurde mit einer einfachen Röntgenröhre erzeugt und mit dem Multiplier nachgewiesen. Durch Restgasionisation entstanden dabei auch Ionen,

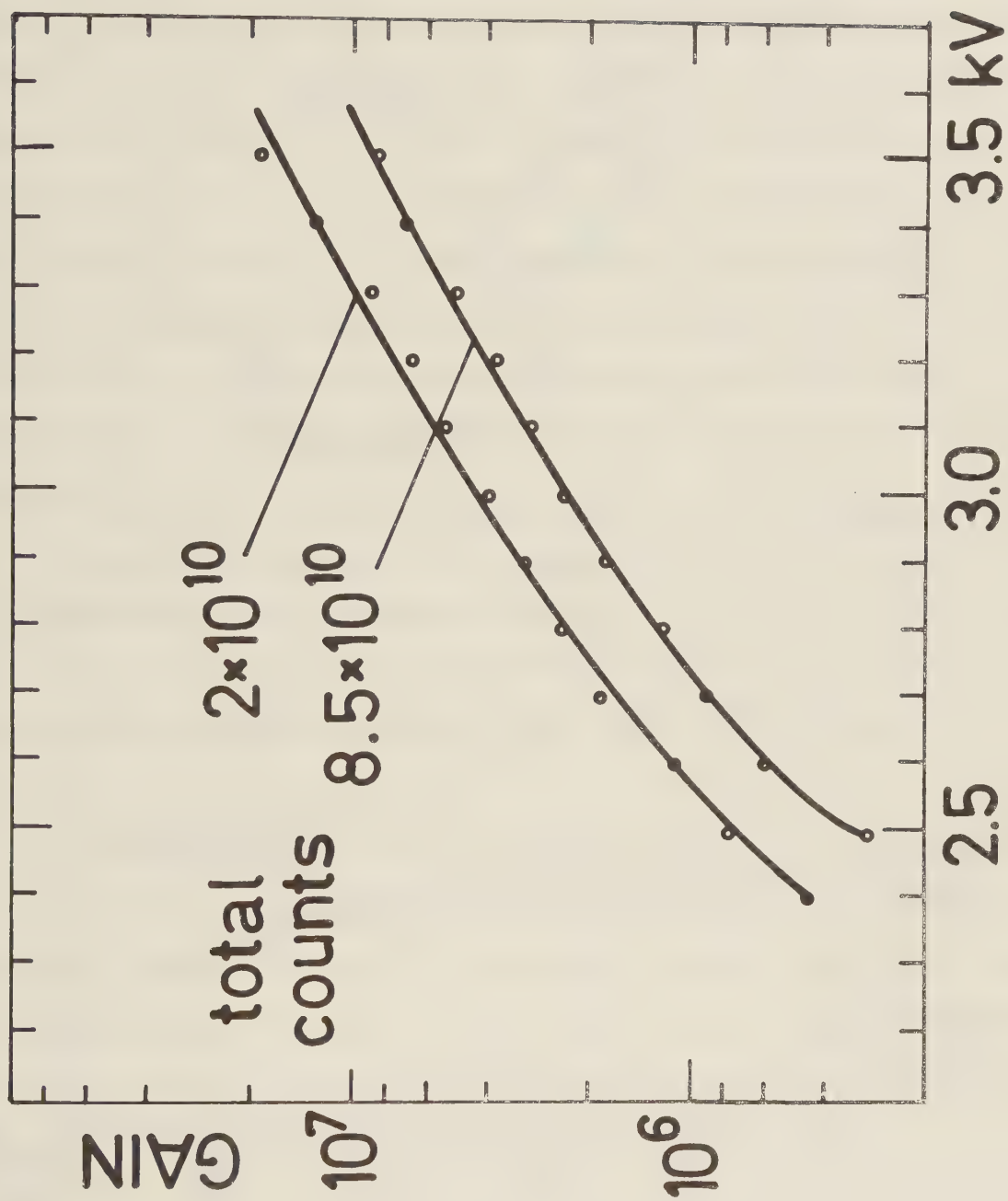


Abb. 14 Verstärkung in Abhängigkeit von der Multiplierspannung

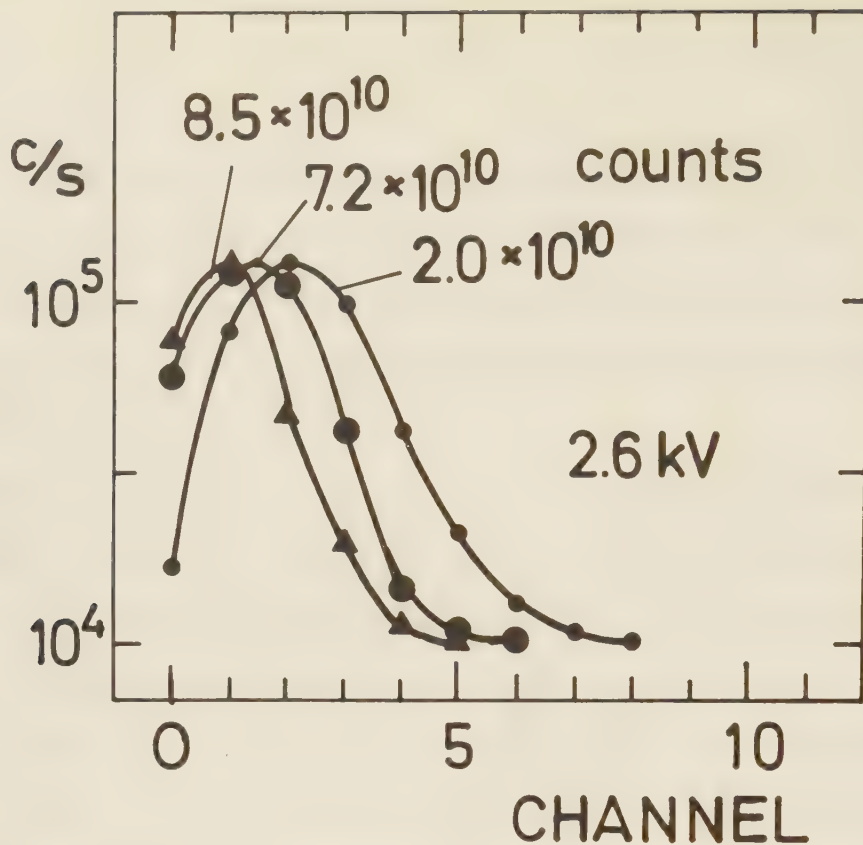


Abb. 15 Pulshöhenverteilungen für eine Multiplierspannung von 2,6 kV, gemessen während des Lebensdauertests. Die relative Auflösung  $\frac{\Delta V}{V}$  ist 1,8 für  $2 \times 10^{10}$  gezählte Impulse und 2,6 bzw. 3,0 für  $7,2 \times 10^{10}$  bzw.  $8,5 \times 10^{10}$  Impulse

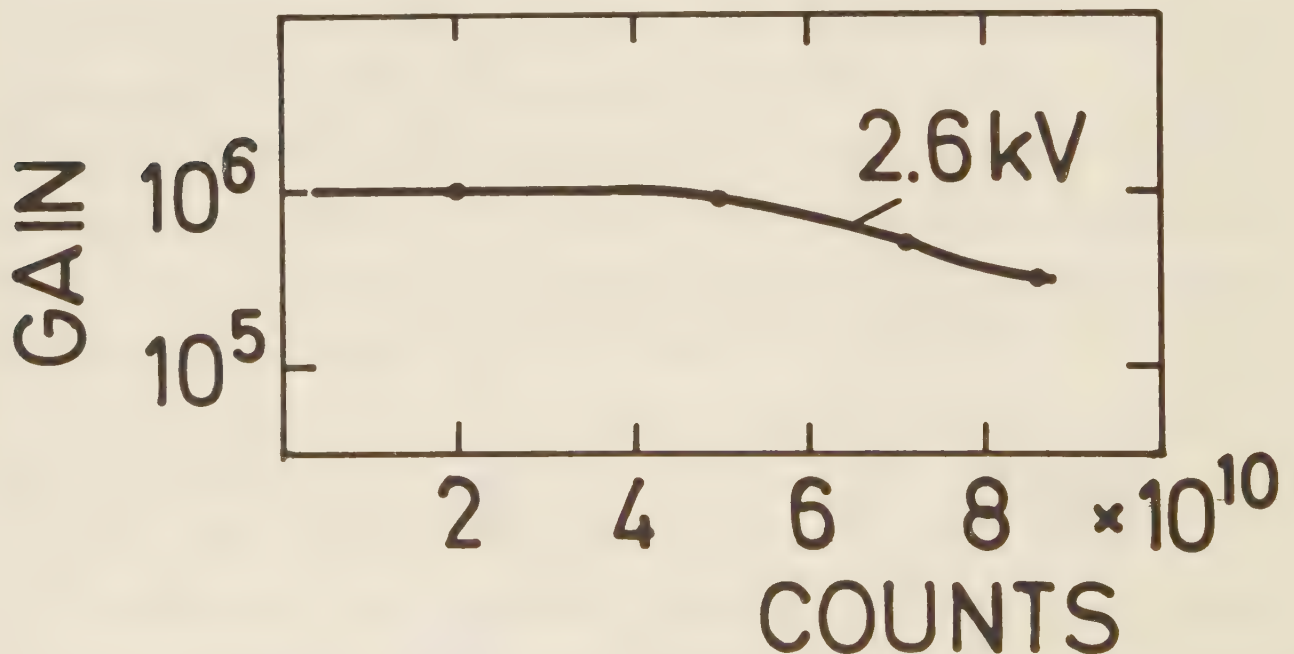


Abb. 16 Verstärkung als Funktion der gezählten Impulse für eine Multiplierspannung von 2,6 kV

die ebenfalls in den Multiplier gelangten. In Abb. 14 ist die Verstärkung als Funktion der Multiplierspannung aufgetragen, Abb. 15 zeigt Impulshöhenverteilungen, während aus Abb. 16 zu ersehen ist, daß erst nach  $8,5 \times 10^{10}$  gezählten Impulsen eine Abnahme des Verstärkungsfaktors um den Faktor 2 eintritt. Es ist zu vermuten, daß diese Abnahme durch Niederschläge von Pumpenöl hervorgerufen wird. Möglicherweise kommt der Alterungseffekt aber auch durch das Loslösen von adsorbierten Gasen in der Dynodenschicht unter der Einwirkung der Elektronen zustande. Die andere Möglichkeit, eine langsame Zerstörung der Dynodenschicht durch den Elektronenbeschuß, erscheint unwahrscheinlich, da der Kohlenstoff gut auf den Glasplatten haftet und wegen seines hohen Schmelzpunktes nicht verdampft. - Zusammenfassend ergibt sich, daß der Kohlenstoffmultiplier zumindest die Lebensdauer des Channeltrons<sup>20</sup> erreicht.

#### 3.4.2.4 Ausbeute

Die absolute Ausbeute (Impulse/eingestrahktes Photon) von Sekundärelektronenvervielfachern mit kontinuierlichen Dynoden ist im Wellenlängenbereich von 30 - 300 Å nur für den SEV vom Typ Bendix M 306 bestimmt worden; vom Hersteller wird für eine Wellenlänge von 44,8 Å bei senkrechtem Lichteinfall auf die Kathode ein Wert von 4 % angegeben. Für das Channeltron ist die Ausbeute für niederenergetische Elektronen ermittelt worden<sup>22,23</sup>. Sie beträgt annähernd 100 %. Nimmt man daher an, daß jedes ausgelöste Photoelektron im Multiplier gezählt wird, dann hängt die Ausbeute nur noch vom Kathodenmaterial ab. Sie beträgt nach Messungen von Lukirskii et al.<sup>24</sup> für Gold im Wellenlängenbereich um 44 Å maximal 20 %.

Zur Bestimmung der absoluten Ausbeute des oben beschriebenen Multipliers wurde ein Vergleich mit dem Zählrohr durchgeführt. Hierzu wurde im Spektrometer eine Röntgenröhre mit Graphitanode eingebaut und die primär angeregte C K-Strahlung in 0. Ordnung und 1. Ordnung sowohl mit dem Zählrohr als auch mit dem Multiplier aufgenommen. Die

Ausbeute des Multipliers, dessen Kathode aus Gold bestand, war bei dem gewählten Einfallswinkel  $\alpha = 20^\circ$  um 20 % größer als die des Zählrohrs, die, wie bereits erwähnt, für  $44,8 \text{ \AA}$  etwa 7 % betrug. Für die Messungen mit der Synchrotronstrahlung wurde später der Einfallswinkel auf  $6^\circ$  verringert. Nach Ergebnissen von Lukirskii et al.<sup>24</sup> erhöht sich dadurch die Ausbeute um das 2,2 fache, so daß sie für  $\alpha = 6^\circ$  bei  $44,8 \text{ \AA}$  etwa 18 % beträgt, ein Wert, der später für die Berechnung der Lichtstärke des Spektrometers benötigt wird.

Weiterhin wurde ein Vergleich mit einem SEV vom Typ Bendix M 306 bei der Wellenlänge  $200 \text{ \AA}$  vorgenommen. Diese Messungen, die mit einem Plangitterspektrometer und der Synchrotronstrahlung bei DESY<sup>+</sup> durchgeführt wurden, ergaben, daß der Kohlenstoffmultiplier 6 - 7 mal empfindlicher war als der Multiplier M 306. Von der Firma Bendix wird für diesen Typ bei der Wellenlänge  $200 \text{ \AA}$  eine Empfindlichkeit von etwa 9 % angegeben. Danach hätte der Kohlenstoffmultiplier bei  $200 \text{ \AA}$  eine Ausbeute von etwa 60 %. Die Steigerung um den Faktor 3 in der Empfindlichkeit zwischen den Wellenlängen  $44,8 \text{ \AA}$  und  $200 \text{ \AA}$  läuft parallel mit einem Anstieg des Absorptionskoeffizienten von Gold<sup>25</sup> im gleichen Bereich um ebenfalls den Faktor 3.

Nach den Ergebnissen von Lukirskii et al.<sup>24</sup> ließen sich mit anderen Kathodenmaterialien, wie z.B. Strontiumfluorid, wesentlich höhere Ausbeuten (bis zu 60 %) im Wellenlängenbereich um  $44 \text{ \AA}$  erzielen. Inwieweit derartige Substanzen als Kathodenmaterial geeignet sind, muß späteren Untersuchungen vorbehalten bleiben.

### 3.4.3 Die Registrierung der Strahlung

#### 3.4.3.1 Das Monitorsystem

Wegen der teilweise beträchtlichen Stromschwankungen des Synchrotrons muß die mit

---

+ ) Herrn Dipl.-Phys. G. Peters danke ich für die Durchführung dieser Messungen

dem Spektrometer gemessene Intensität auf die mit einer Referenzmeßstelle ermittelte Intensität des Beschleunigers bezogen werden. Dabei ist es von Bedeutung, welchen Bereich des kontinuierlichen Synchrotronpektrums man für den Vergleich verwendet. Durch unterschiedliche Betriebsarten des Synchrotrons (z.B. verlängerte oder verkürzte Beschleunigungsdauer) kann auch bei gleicher Endenergie der Elektronen das Spektrum verändert werden. Für genaue Messungen ist daher ein Monitor erforderlich, der die momentane Intensität der Synchrotronstrahlung im Wellenlängenbereich des untersuchten Spektrums mißt.

Die besten Erfahrungen wurden mit folgender Anordnung gemacht. In der direkten Synchrotronstrahlung befindet sich ein Graphitstab, dessen in Fluoreszenz erregte K-Strahlung unter dem Braggschen Winkel von  $26^\circ$  auf einen ebenen Bleistearat-Vielschichtkristall<sup>+) (Netzebenenabstand  $2d = 100 \text{ \AA}$ ) trifft und auf die Kathode eines Multipliers reflektiert wird. Durch Streuung am Graphit gelangt in den Multiplier auch kurzwellige UV-Strahlung, die jedoch mit einer  $2 \mu\text{m}$  dicken Folie aus Kunststoff unterdrückt werden kann.</sup>

Zur Prüfung des Monitorsystems wurde der Quotient aus der Meßzählrate und der Monitorzählrate gebildet, während am Synchrotron Stromschwankungen um den Faktor 8 auftraten. Eine Änderung des Quotienten ließ sich nicht nachweisen. Beim Betrieb über längere Zeiten (40 Std. und länger) bedeckt sich der direkt im Strahl befindliche Graphitstab des Monitorsystems mit einer bräunlichen Schicht, und parallel dazu geht eine geringfügige Abnahme (bis zu 10 %) der Monitorzählrate einher. Gegen diese Bedeckung, die nach den bisherigen Erfahrungen bei allen vom Strahl getroffenen Materialien auftritt, gibt es bisher keine Gegenmaßnahme.

---

+) Herrn Dr. G. Wiech danke ich für die Überlassung des Kristalls

#### 3.4.3.2 Die Elektronik

Da das Spektrometer vorwiegend für den Nachweis geringer Photonenintensitäten benutzt wird, wurde die Elektronik für die Impulszählung ausgelegt. Die von den beiden Multipliern kapazitiv abgenommenen Impulse gelangen zunächst in Emitterfolger mit niederohmigem Ausgang, die jeweils neben den Multipliern im Spektrometergehäuse angeordnet sind (Abb. 13 B). Die transistorisierte Meßelektronik besitzt ein zeitliches Auflösungsvermögen von 5 MHz und setzt sich aus einem digitalen Strahlungsmeßplatz MS Str 1102<sup>+)</sup>  und zwei Präzisions-Zählratenmessern MS PR 1001<sup>+)</sup>  zusammen. Monitor- und Meßimpulse werden in zwei getrennten Kanälen geführt und zunächst 1000-fach linear verstärkt, gelangen in Einkanaldiskriminatoren und werden sowohl digital in den beiden Zählern des MS Str 1102 gezählt<sup>++)</sup>  als auch zur Schreiberaufzeichnung in ein analoges, zeitlich gemitteltes Signal in den beiden Zählratenmessern umgewandelt. Mit einem Quotientenschreiber wird das Meßsignal mit dem Monitorsignal verglichen, so daß bei gleichen Zeitkonstanten für die Mittelwertbildung in beiden Kanälen das Quotientensignal weitgehend frei von Intensitätsschwankungen des Synchrotrons ist.

Bei Zählraten unter 1000 Impulsen/min muß punktweise gemessen werden. Der Schrittmotor bewegt dann den Detektorwagen nicht kontinuierlich, sondern nur um eine vorgewählte Schrittzahl weiter. In dieser neuen Stellung werden beide Zählkanäle solange geöffnet, bis der Monitorzählkanal eine geeignet vorgewählte Impulszahl aufweist, die ein Maß für die Intensität der Synchrotronstrahlung ist. Der Zählvorgang wird daraufhin gestoppt und der Inhalt beider Zähler ausgedruckt. Während des Druckvorgangs wird gleichzeitig der Detektorwagen um die vorgewählte Schrittzahl weiterbewegt und der Zählerinhalt auf Null gestellt.

---

+) Hersteller: Firma Telefunken, Ulm

++) Der Zeitzählkanal des Geräts wurde von der Herstellerfirma nach unseren Angaben für den Zweck abgeändert, daß die Monitorimpulse in diesem Kanal gezählt werden können

Für den Monitorzählkanal muß stets eine Impulszahl vorgewählt werden, die größer als 100000 ist, damit die Verfälschung des Quotienten durch den statistischen Fehler der Monitorimpulszahl vernachlässigbar ist. Die Schrittweite für die Bewegung des Detektorwagens muß etwa 3 - 5 mal kleiner sein als die Strecke, die dem Wert  $d\lambda$  nach Gl. (6) entspricht.

#### 4. WELLENLÄNGENEICHUNG UND PRÜFUNG DES SPEKTROMETERS

##### 4.1 Die Wellenlängeneichung

Aus dem Radius  $r$  des Rowlandkreises, der Gitterkonstanten  $\sigma$ , der Entfernung  $l_0$  zwischen Eintrittsspalt und Gittermitte und dem variablen Abstand  $l$  zwischen Gittermitte-Austrittsspalt wird die Wellenlänge  $\lambda$  nach der Gittergleichung

$$n\lambda = \sigma(\cos(\arcsin \frac{l_0}{2r}) - \cos(\arcsin \frac{l}{2r})) \quad (9)$$

berechnet ( $n$  = Ordnung der Reflexion).

Durch Differentiation dieser Gleichung lassen sich die Einflüsse durch fehlerbehaftete Meßgrößen ermitteln. Ist beispielsweise der Radius  $r$  des Rowlandkreises mit einem Fehler  $dr$  bestimmt worden, so folgt für die Wellenlänge  $\lambda$  ein Fehler von

$$d\lambda = \frac{\sigma \cdot dr}{n \cdot 4r^3} \left[ \frac{l_0^2}{\cos(\arcsin \frac{l_0}{2r})} - \frac{l^2}{\cos(\arcsin \frac{l}{2r})} \right], \quad (10)$$

während sich bei fehlerhafter Abstandsbestimmung  $l \pm dl$  ein Fehler von

$$d\lambda = - \frac{\sigma \cdot l}{n \cdot 4r^2} \cdot \frac{dl}{\cos(\arcsin \frac{l}{2r})} \quad (11)$$

ergibt. (Die Gleichung gilt sinngemäß auch für  $l_0$ .) Die Gitterkonstante  $\sigma$  kann als fehlerfrei angesehen werden<sup>26</sup>. Für einen Einfallswinkel von  $86^\circ 45'$  ist in Abb. 17 der Verlauf der beiden Fehler und der exakte Wert der Verschiebung  $\frac{\Delta l}{\Delta l_0}$  nach Gl. (8) in Abhängigkeit von der Detektorstellung  $l$  dargestellt. Die für die Zeichnung angenommenen Fehler sind Maximalwerte. Die Abweichung  $d\lambda$  der tatsächlichen Wellenlänge von dem nach Gl. (9) bestimmten Wert nimmt demnach mit der Wellenlänge zu und beträgt höchstens  $0,08 \text{ \AA}$ .

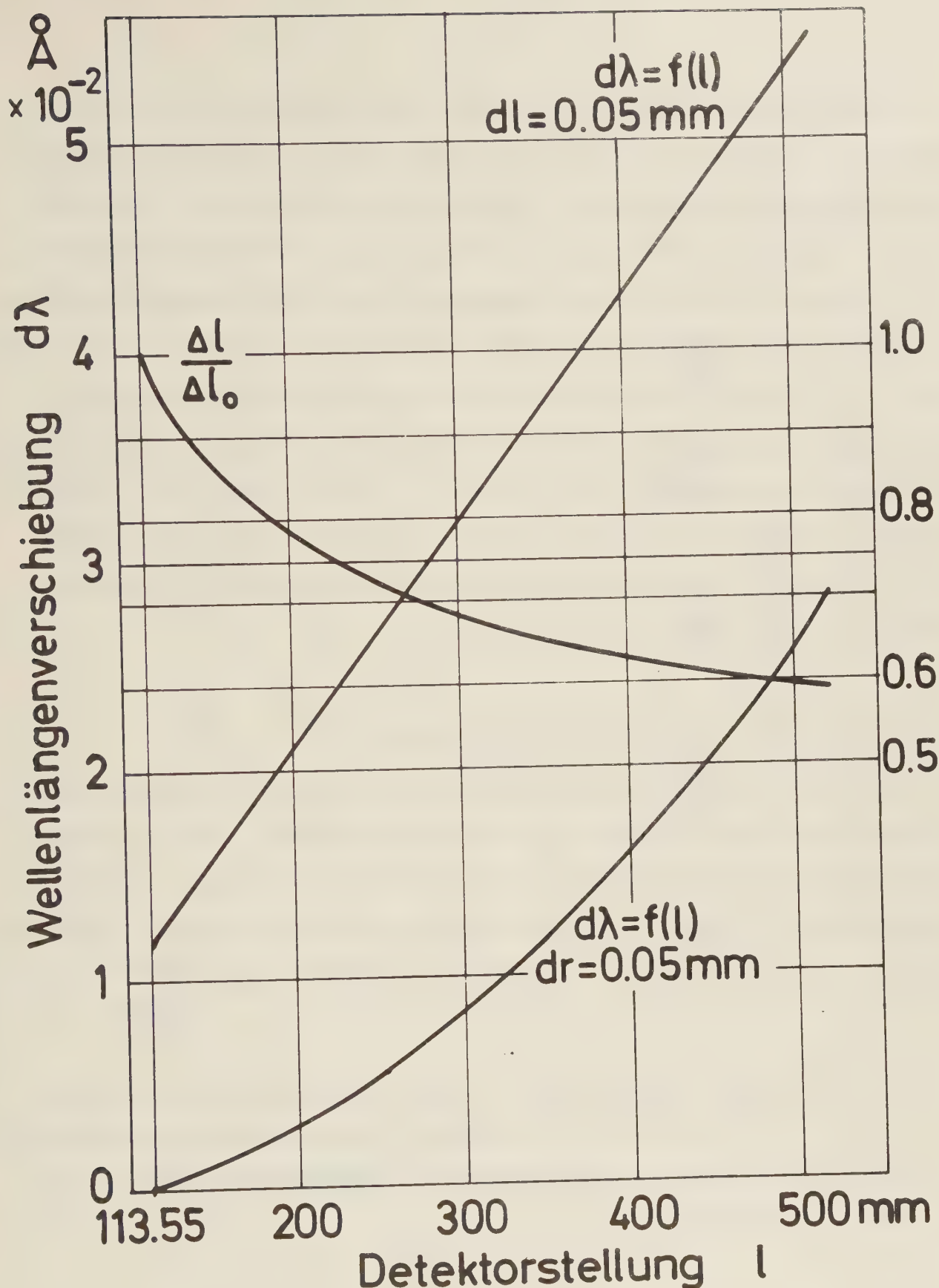


Abb. 17 Linienverschiebung  $d\lambda$  für ein Beugungsgitter mit 1200 Linien/mm bei einem angenommenen Fehler  $dr = 0,05 \text{ mm}$  (untere Kurve) und bei einem Fehler  $dl = 0,05 \text{ mm}$  (obere Kurve) nach Gl. (10) und (11) als Funktion der Detektorstellung  $l$ . Der exakte Werte der Verschiebung  $\frac{\Delta l}{\Delta l_0}$  nach Gl. (8) ist ebenfalls eingezeichnet (zugehöriger Ordinatenmaßstab rechts)

Zur Überprüfung der Wellenlängenbestimmung wurden Absorptionsspektren von Aluminium, Kaliumchlorid und Bor aufgenommen und die aus der Detektorstellung errechneten Wellenlängenwerte mit den Literaturwerten verglichen. Das Konkavgitter<sup>+)</sup> , dessen Oberfläche mit Gold bedampft war, besaß 1200 Linien/mm und einen Blazewinkel von  $1^{\circ} 47'$ . Das Spektrometer stand für die Absorptionsspektren so, daß die Synchrotronstrahlung durch den Eintrittsspalt auf die Gittermitte fiel. Zur Herstellung der Absorptionsfolien wurde Aluminium und Bor mit einer Schichtdicke von 500 - 800 Å im Vakuum auf Glasträger aufgedampft, die mit Salz oder Zapon beschichtet waren. Die Folien wurden im Wasser bzw. Amylacetat abgelöst und mit einem Kupfernetz von 85 % Transmission aufgefangen. Kaliumchlorid wurde mit einer Schichtdicke von 250 Å auf eine 500 Å dicke Folie aus Kohlenstoff aufgedampft.

#### 4.1.1 Die Aluminium $L_{2,3}$ -Absorptionskante

Die Aluminium  $L_{2,3}$ -Kante eignet sich besonders gut für die Überprüfung der Absolutbestimmung der Wellenlängen, da von Codling und Madden<sup>27</sup> eine sehr genaue Vermessung dieser Kante vorliegt. Die nach dem oben beschriebenen Verfahren erhaltenen Werte<sup>++)</sup> (Abb. 18) sind im Vergleich zu denen der genannten Autoren um den Betrag von 0,03 eV (0,06 Å) nach kleineren Energien verschoben..

---

+) Alle verwendeten Beugungsgitter sind sphärische Replica-Gitter mit einem Radius von  $R = 1999,5$  mm der Firma Bausch & Lomb, Rochester, N.Y., USA

++) Für die Umrechnung der Wellenlängenwerte in Energiewerte<sup>28</sup> gilt  
$$E(\text{eV}) = 12398,1/\lambda(\text{Å})$$

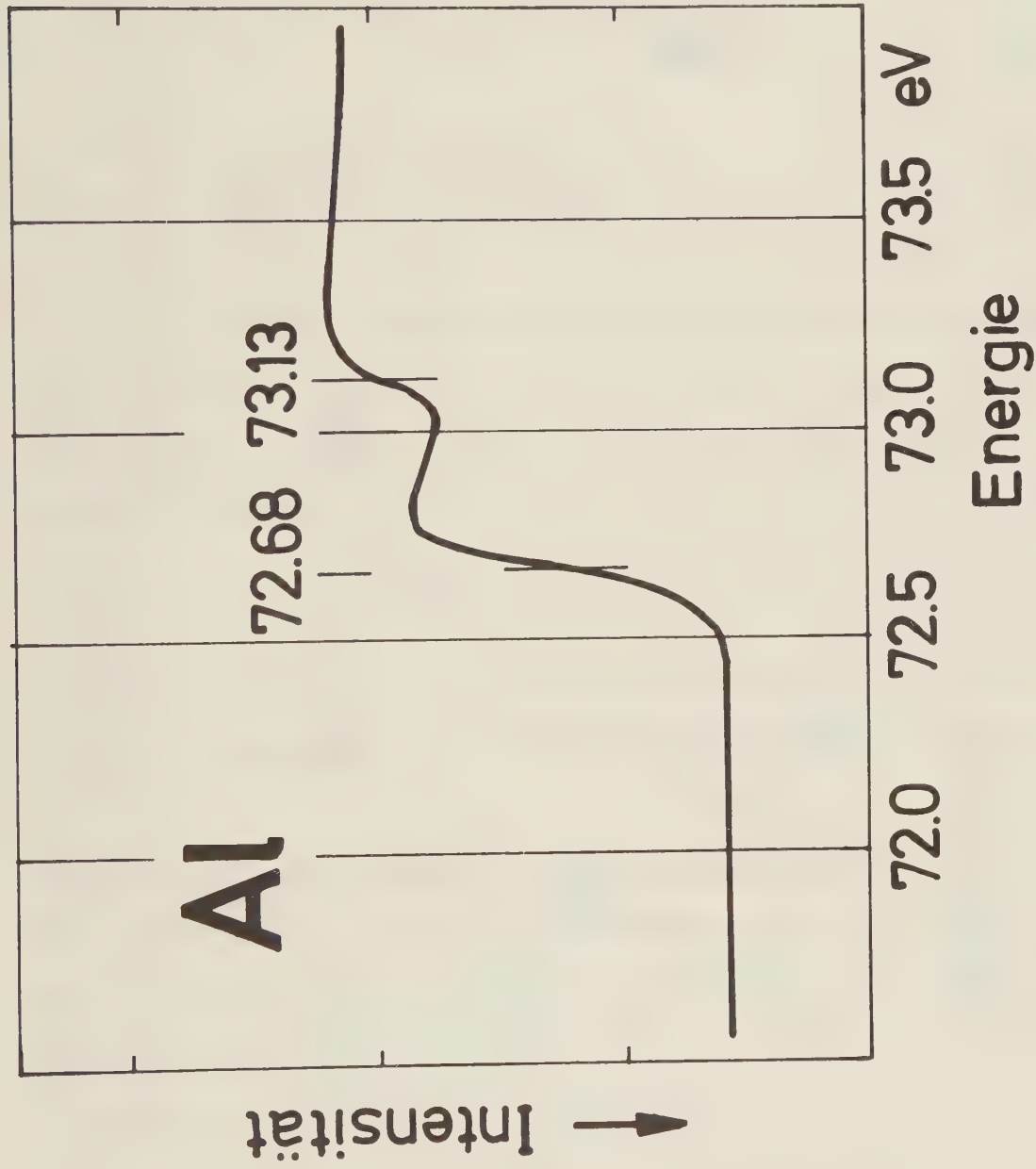


Abb. 18 Aluminium  $L_{2,3}$  Absorptionskante, geglätteter Verlauf. Für die Energien der  $L_3$ - bzw. der  $L_2$ -Kante werden von Codling und Madden<sup>27</sup> 72,72 bzw. 73,15 eV mit einem Fehler von  $\pm 0,02$  eV angegeben.

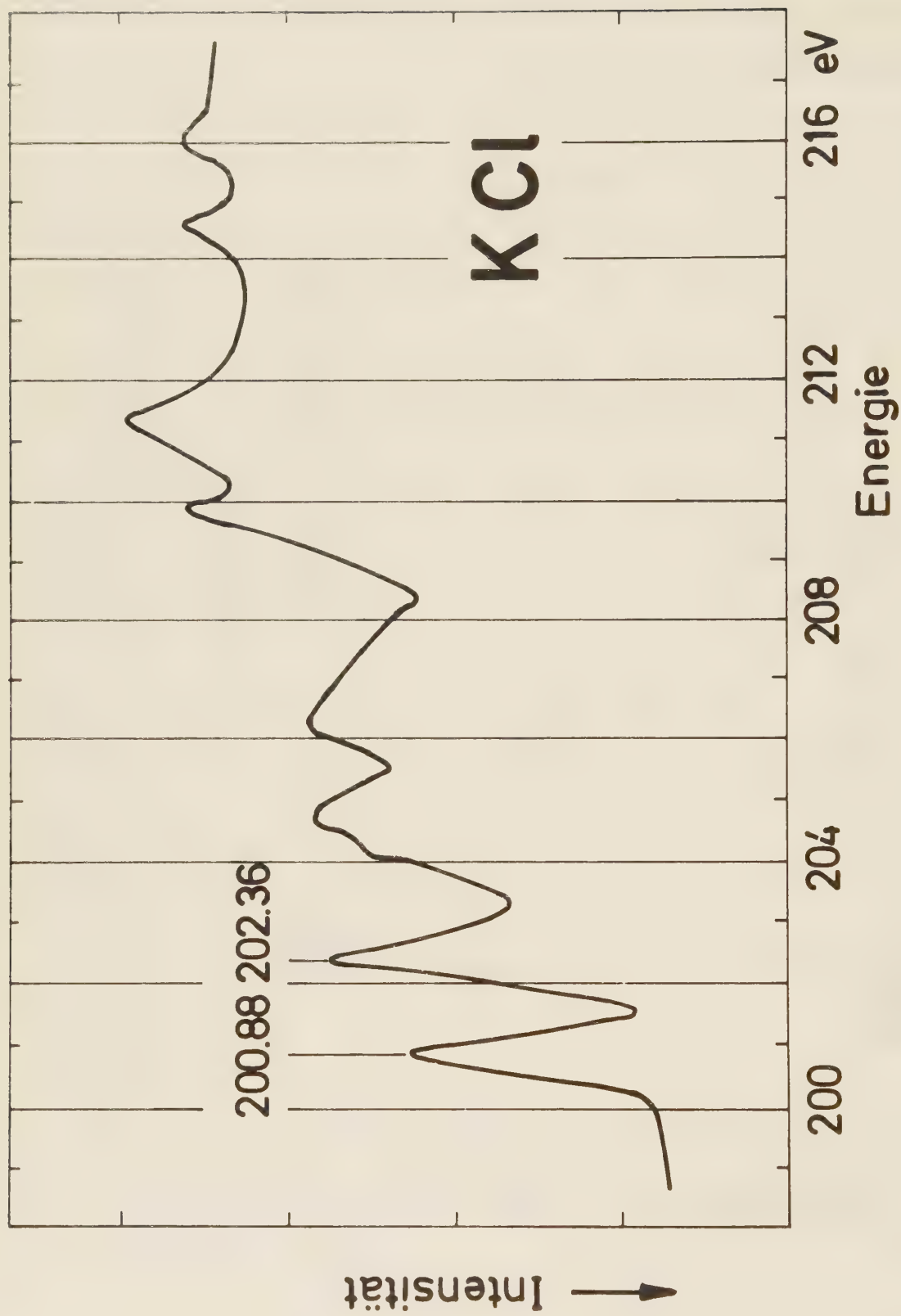


Abb. 19 Chlor  $L_{2,3}$  Absorptionskante von Kaliumchlorid, geglätteter Verlauf. Für die energetische Lage der ersten beiden Maxima werden von Iguchi, Sagawa et al.<sup>29</sup> 200,93 und 202,5 eV bzw. von Lukirskii und Zimkina<sup>30</sup> 201 und 202,5 eV angegeben.

#### 4.1.2 Die $L_{2,3}$ -Absorptionskante von Chlor in Kaliumchlorid

Das  $L_{2,3}$ -Absorptionsspektrum von Chlor in Kaliumchlorid ist in Abb. 19 dargestellt. Zum Vergleich sind die von Iguchi, Sagawa et al.<sup>29</sup> sowie die von Lukirskii und Zimkina<sup>30</sup> erhaltenen Energiewerte in der Bildunterschrift angegeben, die gut mit den absolut bestimmten Energiewerten übereinstimmen.

#### 4.1.3 Das Bor K-Absorptionsspektrum

Eine Aufnahme der Bor K-Absorptionskante zeigt Abb. 20. Dieses Spektrum ist bisher noch nicht untersucht worden. Jedoch hat Fomichev<sup>31</sup> eine Kurve der Photoelektronenausbeute des Bors veröffentlicht, die nach theoretischen Überlegungen<sup>30,32</sup> bezüglich der energetischen Lage der Maxima mit denen des Absorptionsspektrums übereinstimmen muß. In Abb. 21 ist die geglättete Meßkurve dargestellt. Die Übereinstimmung mit den von Fomichev erhaltenen Energiewerten ist bemerkenswert gut, obwohl es sich um zwei völlig verschiedene Meßverfahren handelt.

Zusammenfassend kann man sagen, daß die Übereinstimmung in allen drei Beispielen gut ist. Das Spektrometer ist somit für Absolutbestimmungen der Wellenlängen geeignet.

#### 4.2 Genauigkeit und Auflösungsvermögen des Spektrometers

Ungenauigkeiten in der Detektorführung lassen sich am deutlichsten durch Aufnahme der 0. Ordnung, bei der die vom Gitter reflektierte Strahlung den Rowlandkreis sehr streifend schneidet, sichtbar machen. In unserem Beispiel beträgt der Reflexionswinkel für die 0. Ordnung  $86^{\circ} 45'$ , so daß die Projektion einer Verschiebung des Detektors längs der Schiene auf eine Senkrechte zum Strahl nur etwa den zwanzigsten Teil der Verschiebung beträgt.

In Abb. 22 ist die 0. Ordnung in Absorptionsstellung bei  $20 \mu\text{m}$  breiten Spalten mehrmals, und zwar bei Vorwärts- und Rückwärtslauf des Detektors mit einer Schritt-

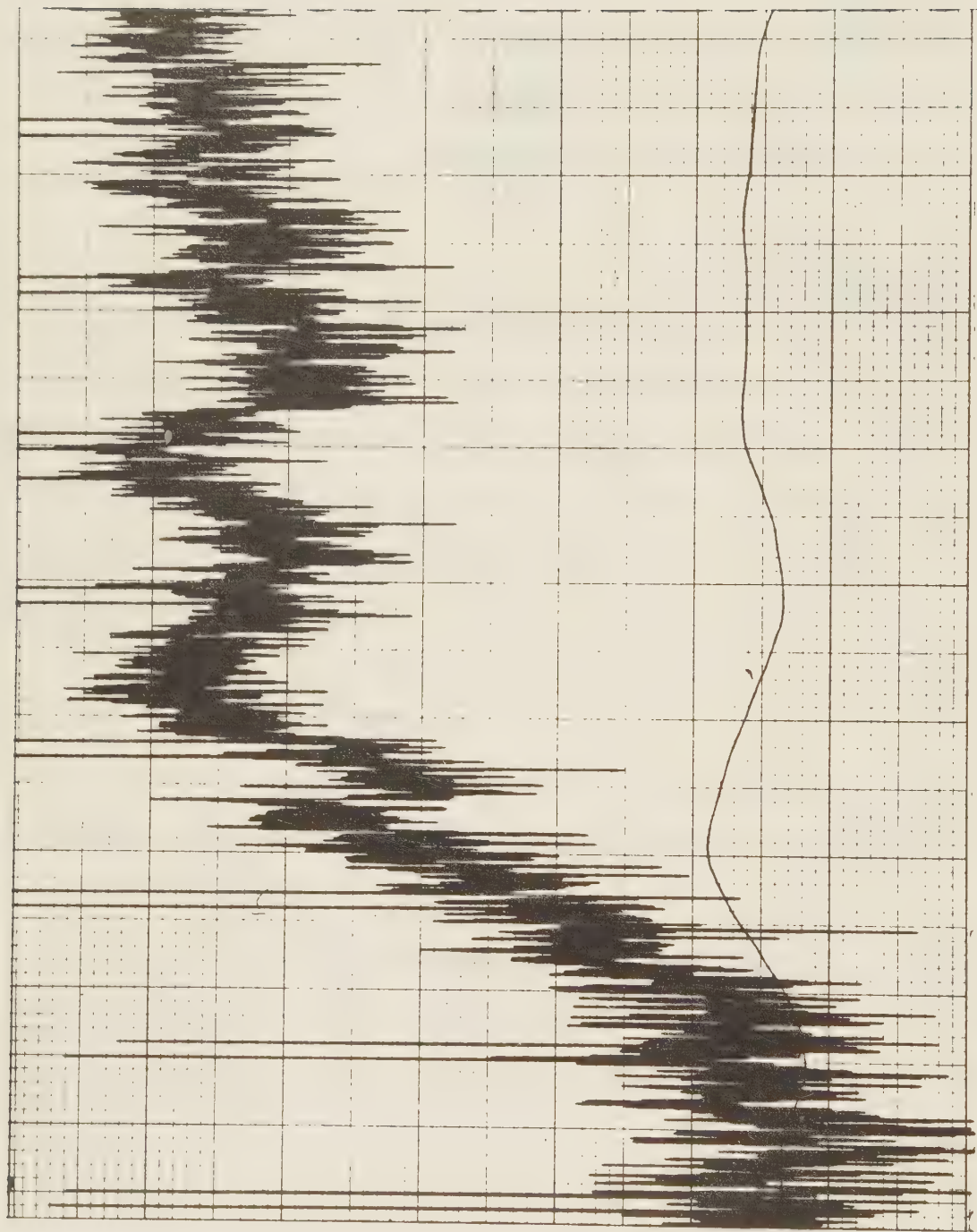


Abb. 20 Bor K Absorptionskante, mit kleiner Dämpfung aufgenommen.  
Originalaufnahme zu Abb. 21. (Die Linie unten entstand beim  
unachtsamen Zurückführen der Schreiberfeder.)

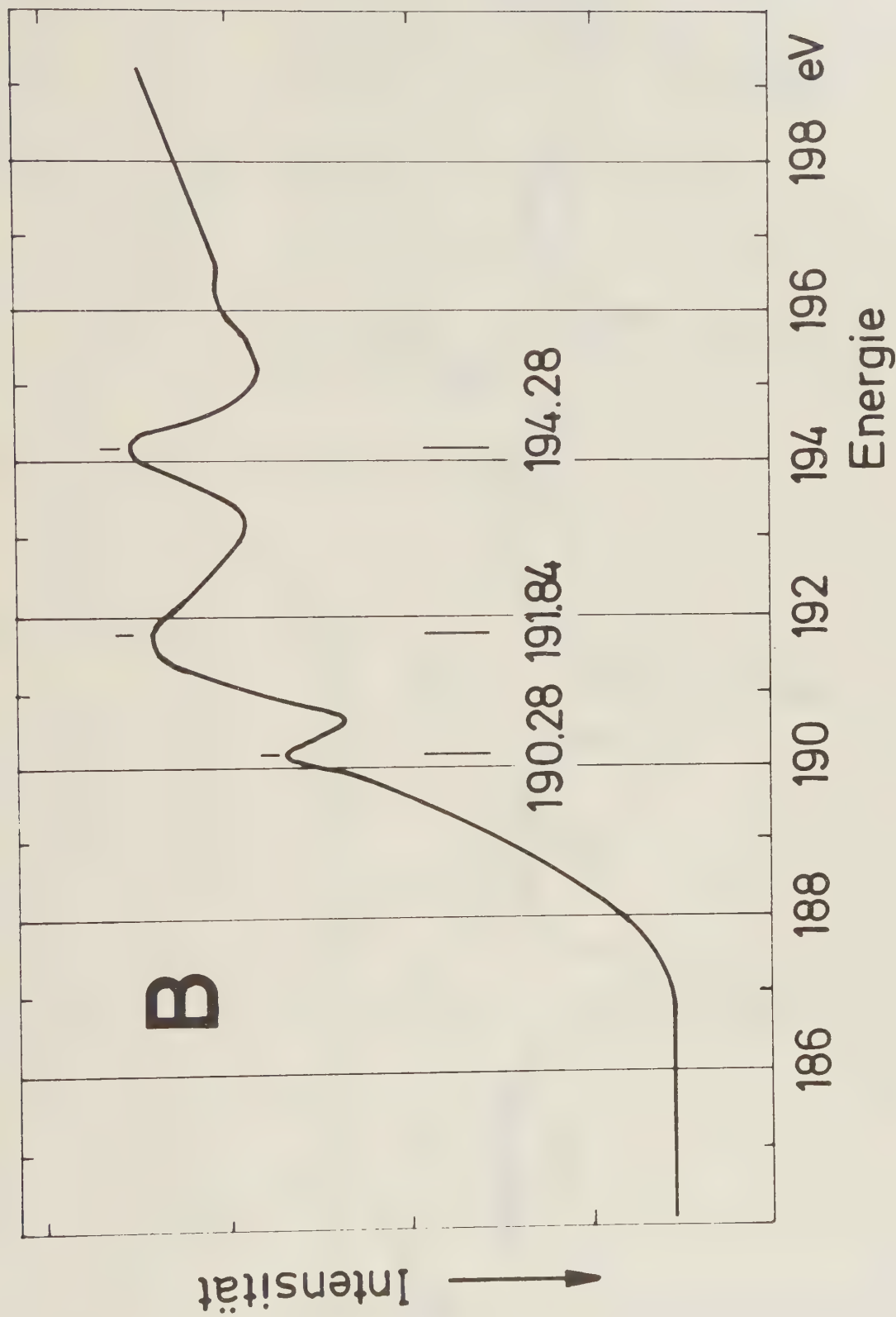


Abb. 21 Bor K Absorptionskante, geglätteter Verlauf. Für die Energien der in der Abbildung bezeichneten Maxima werden von Fomichev<sup>31</sup> 191,4, 192,5 und 194,6 eV für die entsprechenden Maxima der Photoelektronenausbeute-Kurve des Bors angegeben.

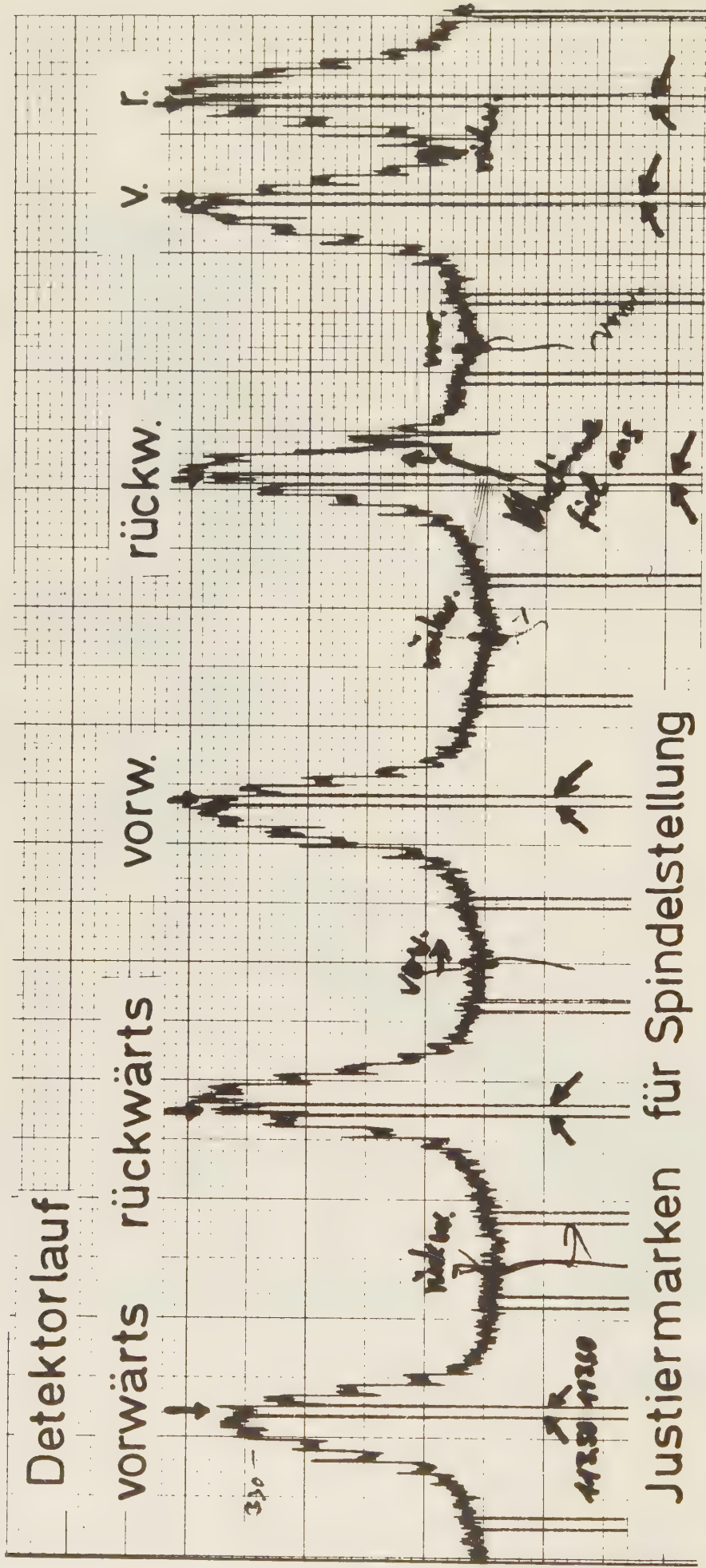


Abb. 22 Mehrere Aufnahmen der 0. Ordnung forlaufend bei Vorwärts- und Rückwärtslauf des Detektorwagens.

Spektrometer in Absorptionsstellung (ohne Verwendung von Fokussierungsspiegeln); das Beugungsgitter (1200 Linien/mm) lag im direkten Strahl, die Spaltbreiten betragen je 20  $\mu\text{m}$ . Schrittweiser Vorschub des Detektors um 0,1 mm (längs der Spindel gemessen). Im Maximum der Linie schließen jeweils die beiden durch Pfeile gekennzeichneten Justiermarken den Intensitätsbereich ein, der dem Abstand  $l = 113,5$  mm des Austrittsspalts von der Gittermitte zugeordnet ist.

weite von 0,1 mm gemessen worden. Man erkennt, daß die Justiermarken stets an der gleichen Stelle liegen, daß also der Detektorwagen spielfrei angetrieben wird. Da die Kurvenform außerdem symmetrisch ist, läßt sich folgern, daß die Führung des Detektors längs der Kreisbahn wesentlich genauer ist als die vom Gitter aus gesehene Projektion einer Einzelverschiebung (0,1 mm) auf eine Senkrechte zum Strahl. Da diese Projektion kleiner als 5  $\mu\text{m}$  ist, dürfte die Abweichung von der Rundheit der Schiene weniger als 1  $\mu\text{m}$  betragen. Ferner läßt sich die Halbwertsbreite der 0. Ordnung in Abb. 22 als Länge von 0,5 bis 0,6 mm (längs der Spindel gemessen) ablesen, was einer Projektion von 27 bis 33  $\mu\text{m}$  Breite senkrecht zum Strahl entspricht. Danach sind die von Wiech<sup>7</sup> bezüglich des Auflösungsvermögens angestellten Überlegungen bestätigt, wonach die Halbwertsbreite des vom Gitter reflektierten Strahlungsbündels durch die größere der beiden Spaltbreiten gegeben ist, die im vorliegenden Fall 20  $\mu\text{m}$  beträgt.

Eine andere Abschätzung für das Auflösungsvermögen läßt sich anhand der Aluminium  $L_{2,3}$ -Kante (Abb. 18) gewinnen. Für die Bedingungen des Experiments berechnet man nach Gl. (6) eine theoretische Auflösung  $d\lambda$  von 0,1  $\text{\AA}$ . Wenn die Absorptionskante als unendlich steil angenommen wird, müßte sie durch das endliche Auflösungsvermögen zu einem Anstieg von der Breite  $2d\lambda$  abgeflacht werden. Gemessen wurde eine ungefähre Breite des Anstiegs von 0,25  $\text{\AA}$ , was gut mit dem theoretischen Wert von 0,2  $\text{\AA}$  übereinstimmt. Damit ist gezeigt, daß mit dem Spektrometer annähernd das theoretische Auflösungsvermögen erreicht wird.

## 5. BESTIMMUNG DER LICHTSTÄRKE DES SPEKTROMETERS UND INTENSITÄTSPROBLEME BEI DER FLUORESZENZANREGUNG MIT DER SYNCHROTRONSTRAHLUNG

### 5.1 Berechnung der Intensität der mit der Synchrotronstrahlung in Fluoreszenz angeregten C K-Emissionsbande

Die ersten Versuche zur Fluoreszenzanregung von Emissionsbanden mit Hilfe der Synchrotronstrahlung wurden mit Kohlenstoff durchgeführt. Für diesen Fall wird die zu erwartende Intensität berechnet. Die Zählrate  $I(C_{\max})$ , die im Maximum der C K-Emissionsbande registriert wird, läßt sich durch die Formel

$$I(C_{\max}) = I_o \cdot \omega_K \cdot g_S \cdot R_G \cdot d_A \cdot E_D \quad (12)$$

angeben. Dabei bedeuten

$I_o \cdot \omega_K \cdot g_S$  die Intensität der von der Probe ausgehenden K-Strahlung, die vom Spektrometer erfaßt wird,

$\omega_K$  die Fluoreszenzausbeute,

$g_S$  den Geometriefaktor, der gegeben ist durch das Verhältnis der vom Spektrometer erfaßten Photonen zur Gesamtzahl der von der Probe isotrop abgestrahlten Photonen,

$R_G$  das Reflexionsvermögen des Beugungsgitters für die Kohlenstoff K-Strahlung,  $d_A$  das Verhältnis der Intensität im Maximum der Bande zur Gesamtintensität der Emissionsbande und

$E_D$  die Empfindlichkeit des Detektors im betrachteten Wellenlängengebiet.

Im folgenden werden diese Größen einzeln bestimmt.

Die Berechnung der Größe  $I_o \cdot \omega_K \cdot g_S$  erfolgt unter der Annahme, daß ein Photon mit einer Energie, die größer ist als die Anregungsenergie der K-Schale, bei der Absorption mit einer Wahrscheinlichkeit von 97 % eine Ionisation der K-Schale bewirkt. Die Begründung hierfür läßt sich aus dem Verlauf des Absorptionskoeffizienten in Abhängigkeit von der Wellenlänge (Abb. 23) ableiten. Danach verändert sich der Absorptionskoeffizient an der Kante sprunghaft um etwa das 30 fache. Für

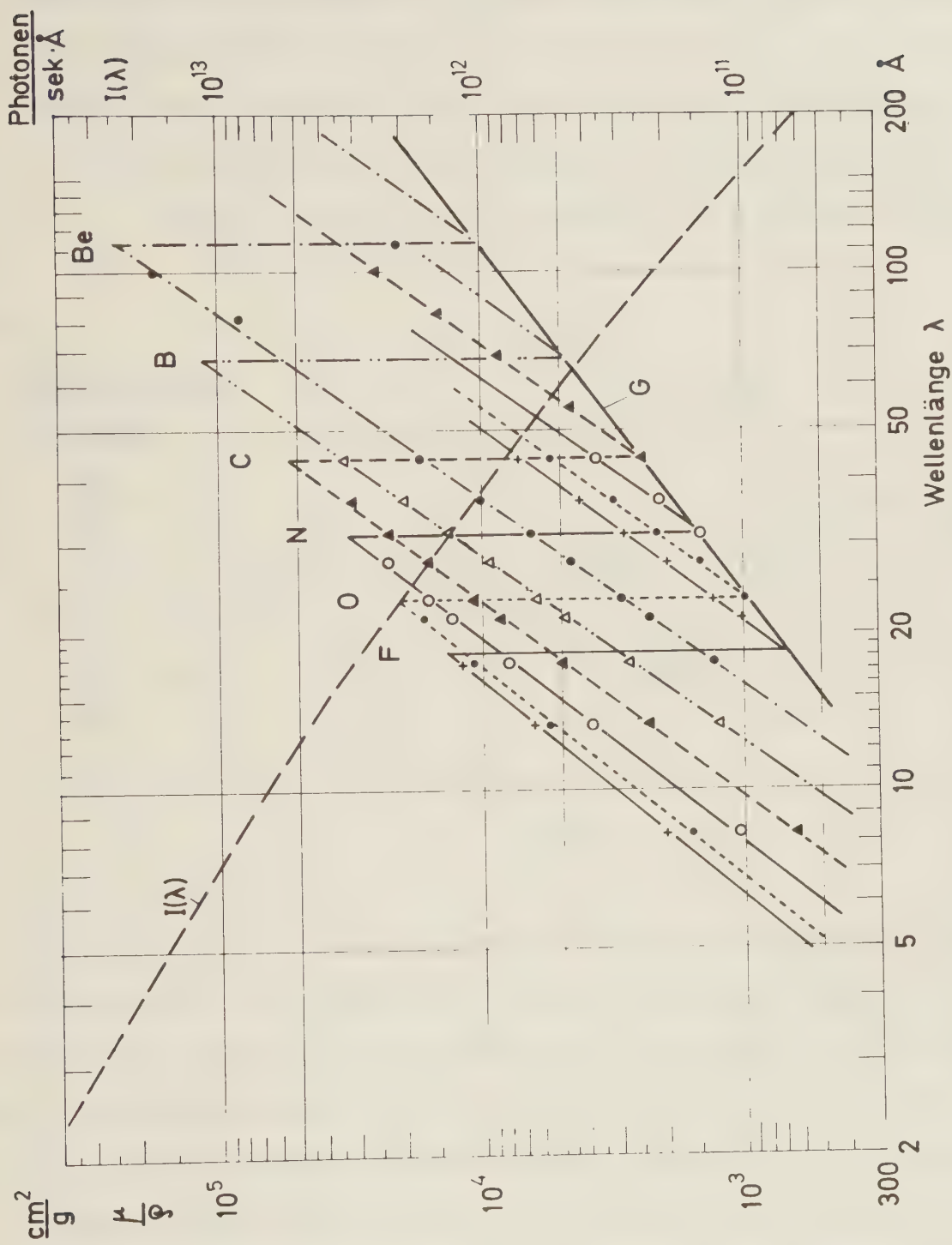


Abb. 23 Strahlungsleistung  $I(\lambda)$  des Synchrotrons bei  $E_{\text{max}} = 6 \text{ GeV}$  und  $15 \text{ mA}$  Strahlstrom in einem Spalt der Höhe  $5 \text{ mm}$  und der Breite  $20 \text{ mm}$ , der in der Synchrotronebene  $40 \text{ m}$  tangential vom Beschleunigerring entfernt steht. Massenabsorptionskoeffizient  $\frac{\mu}{\rho}$  für verschiedene Elemente der 2. Periode<sup>12, 13, 33, 34, 35</sup>.

Photonenenergien knapp unterhalb der Anregungsenergie der K-Schale beträgt demnach die Absorption nur 3 % der Absorption knapp oberhalb der Anregungsenergie. Verlängert man in Abb. 23 den niederenergetischen Teil der Absorptionskurve über die Kante geradlinig weiter, so dürfte man in guter Näherung den Anteil des Absorptionskoeffizienten erhalten, der für die Anregung der K-Schale unwirksam ist. Dieser Anteil beträgt stets 3 % des gesamten Absorptionskoeffizienten.

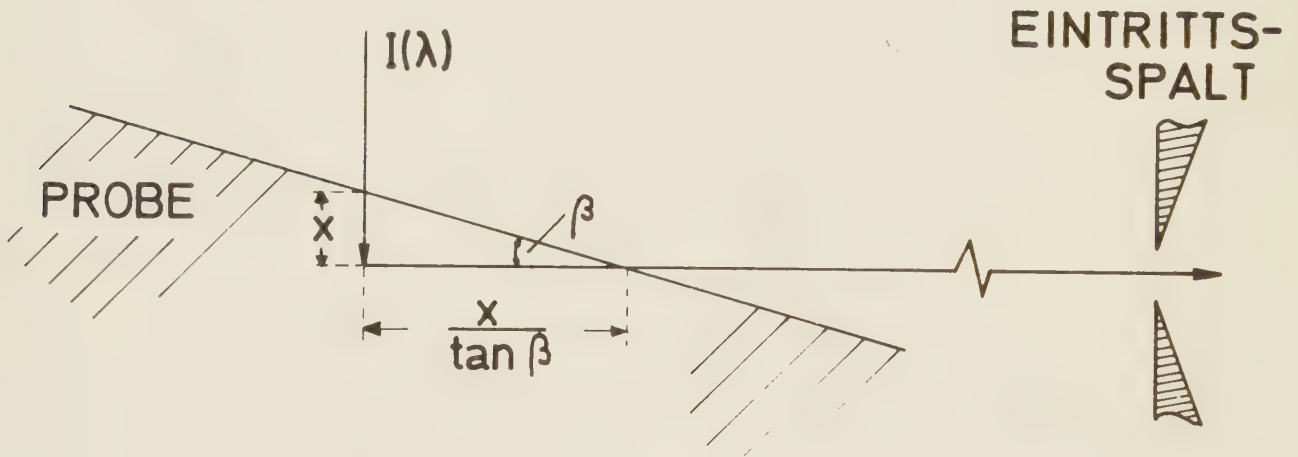


Abb. 24 Absorption in der Probe

Zur Berechnung der Absorption in der Probe betrachten wir Abb. 24.  $I(\lambda)$  sei die Zahl der monoenergetischen Photonen mit der Energie  $E$  (entsprechend einer Wellenlänge  $\lambda$ ), die auf die Probe treffen. Der Absorptionskoeffizient sei  $\mu(\lambda)$ . In einer Schicht der Dicke  $dx$  in der Tiefe  $x$  der Probe werden  $dI$  Photonen absorbiert, wobei das Absorptionsgesetz  $dI = \mu(\lambda) I(\lambda) e^{-\mu(\lambda)x} dx$  ergibt. Dadurch entsteht K-Strahlung der Intensität  $dI\omega_K$ , die isotrop abgestrahlt wird. Zur Registrierung im Spektrometer gelangt nur der Bruchteil  $dI\omega_K g_S$ , wo  $g_S$  der Geometriefaktor ist. Diese Strahlung verläßt die Probenoberfläche mit sehr geringer Winkeldivergenz unter einem mittleren Winkel  $\beta$ , so daß die K-Strahlung in der Probe mit dem Absorptionskoeffizienten  $\mu(\lambda_{K\alpha})$  den Weg  $\frac{x}{\tan \beta}$  zurücklegt. Durch Integration über die gesamte Proben-

tiefe und über alle Wellenlängen bis zur Wellenlänge  $\lambda_K$  der K-Absorptionskante erhält man die Intensität  $I_0 \omega_K g_S$  der aus der Probe in Richtung des Spektrometers austretenden K-Strahlung.

$$I_0 \omega_K g_S = \int_{\lambda=0}^{\lambda_K} d\lambda \int_{x=0}^{\infty} dx \mu(\lambda) I(\lambda) e^{-\mu(\lambda)x} \cdot e^{-\mu(\lambda_{K\alpha}) \cdot \frac{x}{\tan \beta}} \omega_K g_S.$$

Daraus folgt:

$$I_0 = \int_{\lambda=0}^{\lambda_K} \frac{\mu(\lambda) I(\lambda) d\lambda}{\mu(\lambda) + \frac{\mu(\lambda_{K\alpha})}{\tan \beta}}. \quad (13)$$

Zur Berechnung des Integrals (13) ist in Abb. 23 in Abhängigkeit von der Wellenlänge die Strahlungsleistung des Beschleunigers (vergrößert dargestellter Ausschnitt von Kurve 2 in Abb. 4) zusammen mit den Massenabsorptionskoeffizienten  $\frac{\mu}{\rho}$  für die Elemente Beryllium bis Fluor dargestellt. Die Mehrzahl der eingetragenen  $\frac{\mu}{\rho}$ -Werte (Kreise, Dreiecke usw.) stammen aus den Tabellen von Henke et al.<sup>13</sup>. Für Kohlenstoff ist mit  $\frac{\mu(\lambda_{K\alpha})}{\rho} = 2500 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$  ein mittlerer Wert aus den Ergebnissen von Weisweiler<sup>12</sup>, Ogier et al.<sup>33</sup> und Fomichev et al.<sup>34</sup> eingetragen. Die weiteren Werte für Kohlenstoff ( $\lambda > \lambda_{K\alpha}$ ) stammen von Fomichev et al.<sup>34</sup>. Drei Meßpunkte für  $\lambda > 80 \text{ Å}$  für Beryllium sind einer Arbeit von Kunz<sup>35</sup> entnommen. In logarithmischer Darstellung ist der Verlauf des Massenabsorptionskoeffizienten für die Elemente Fluor bis Kohlenstoff in guter Näherung sägezahnförmig. Daher wurde auch der Verlauf von Bor und Beryllium, der für spätere Rechnungen noch benötigt wird, in dieser Weise angenommen. Da die Werte von  $\frac{\mu(\lambda_{K\alpha})}{\rho}$  für Fluor bis Kohlenstoff gut auf der Geraden G (Abb. 23) liegen, wurden durch Extrapolation mit Hilfe dieser Geraden die entsprechenden Werte für die Elemente Beryllium und Bor ermittelt.

In Tab. 1 sind die nach Gl. (13) durch numerische Integration berechneten Intensitäten  $I_0$  für die jeweiligen Versuchsbedingungen angegeben. Da die Größe  $I(\lambda)$  in Abb. 23 für ein Präparat der Breite 20 mm und der Höhe 5 mm angegeben ist, wurde

Tabelle 1

Für einen Strahlstrom des Synchrotrons von 15 mA und eine Elektronenenergie  $E_{\max} > 4$  GeV numerisch nach Gl. (13) berechnete Intensitäten  $I_o$  multipliziert mit Faktoren, so daß sich die Intensität der jeweils vom Spektrometer erfaßten Probenoberfläche ergibt.

| Element | $\lambda_K$ (Å) | $\frac{\mu(\lambda_{K\alpha})}{\rho}$ | $(\text{cm}^2 \text{ g}^{-1})$ | $\beta$ (Grad) | $B_X$ (mm) | $B_Y$ (mm)            | $I_o \frac{1}{\tan \beta} \frac{B_X}{20} \frac{B_Y}{5}$ (Photonen/min) |
|---------|-----------------|---------------------------------------|--------------------------------|----------------|------------|-----------------------|------------------------------------------------------------------------|
| Be      | 111,0           | 10 000                                | 15                             | 0,77           | 10,8       | $3,0 \times 10^{14}$  |                                                                        |
| B       | 65,4            | 5 000                                 | 20                             | 0,77           | 11,2       | $3,9 \times 10^{14}$  |                                                                        |
| C       | 43,6            | 2 500                                 | 30                             | 0,77           | 11,95      | $4,8 \times 10^{14}$  |                                                                        |
| Li      | 226,5           | 40 000                                | 10                             | 0,77           | 10,6       | $2,75 \times 10^{14}$ |                                                                        |
| Li      | 226,5           | 40 000                                | 30                             | 0,77           | 10,6       | $1,53 \times 10^{14}$ |                                                                        |
| N       | 30,9            | 1 440                                 | 10                             | 0,77           | 12,2       | $1,0 \times 10^{15}$  |                                                                        |
| N       | 30,9            | 1 440                                 | 30                             | 0,77           | 12,2       | $5,9 \times 10^{14}$  |                                                                        |

$I_0$  mit Faktoren multipliziert, die der effektiven Größe der Probe Rechnung tragen. Die Probenbreite  $B_X$  und die Probenhöhe  $B_Y$  (Abb. 26) werden erst im Zusammenhang mit der Berechnung der Größe  $g_S$  ermittelt. Der Faktor  $\frac{1}{\tan \beta}$  berücksichtigt, daß die Strahlung von der Probe unter dem Winkel  $\beta$  (Abb. 24) abgenommen wurde. Auf die Werte für die Elemente Be und B kommen wir in Kap. 6 zurück. Die Werte für Li und N wurden für etwaige spätere Messungen ebenfalls berechnet.

Die Fluoreszenzausbeute  $\omega_K$  von Kohlenstoff ist bisher<sup>36</sup> nur in einer älteren Arbeit von Crone<sup>37</sup> bestimmt worden. Der angegebene Wert ( $\omega_K = 0,0009$ ) ist das Ergebnis einer Relativmessung zur Fluoreszenzausbeute von Neon, die von Crone nach einer bei höheren Ordnungszahlen bestätigten Formel<sup>37</sup> zu  $\omega_K = 0,0081$  berechnet wurde.

Der Geometriefaktor ist gemäß der oben gegebenen Definition

$$g_S = \frac{1}{\bar{I}} \int_{\text{Probenfläche}} \frac{d\bar{I} \cdot \Delta\Omega}{4\pi} , \quad (14)$$

wo  $d\bar{I}$  die Intensität eines Probenelements ist und  $\Delta\Omega$  der vom Probenelement aus gesehene wirksame Raumwinkel des Spektrometers.  $\bar{I}$  ist die Gesamtintensität, die von der vom Spektrometer erfaßten Probenoberfläche isotrop ausgeht. Die etwas umständliche Berechnung des Integrals (14) läßt sich unter der Annahme einer homogen strahlenden Probenoberfläche vereinfachen, indem man in horizontaler X-Richtung und in vertikaler Y-Richtung jeweils einen mittleren Winkel  $g_X$  und  $g_Y$  berechnet. Man denkt sich dazu vier zum Strahl senkrechte Ebenen (Abb. 25), die Probenebene, die Ebene durch den Eintrittsspalt, durch die Gittermitte und durch den Austrittsspalt, bestimmt die Projektionen der Probe bzw. des Gitters in die jeweilige Ebene und berechnet getrennt die gemittelten Winkel

$$g_X = \frac{1}{N_X} \int \frac{\Delta g}{R} \text{ bzw. } g_Y = \frac{1}{N_Y} \int \frac{\Delta g}{R} . \quad (15)$$

Dazu schreitet man vom Ursprung der Probenebene in X- bzw. Y-Richtung  $N_X$  bzw.  $N_Y$  mal mit kleiner Schrittweite  $\Delta X$  bzw.  $\Delta Y$  fort, bis das Gitter bzw. der Austrittsspalt nicht mehr durch den Eintrittsspalt gesehen werden kann.  $\frac{\Delta g}{R}$  ist für die X-Richtung der Winkel im Bogenmaß, unter dem die Projektion des Gitters durch den Eintrittsspalt gesehen wird, analog ist  $\frac{\Delta g}{R}$  in der Y-Richtung der Winkel, unter dem der Austrittsspalt (über das Gitter als ebenen Spiegel) erscheint. Die letztere Annahme berücksichtigt nicht den Astigmatismus des Gitters, der nach Samson<sup>38</sup> durch eine Korrekturformel für die Vergrößerung der Linienhöhe in Rechnung zu setzen wäre. Vernachlässigt man diesen Einfluß (eine Abschätzung ergab, daß  $g_Y$  maximal um 10 % verkleinert würde), so erhält man aus Gl. (14)

$$g_S = \frac{1}{4\pi} \cdot g_X \cdot g_Y, \quad (16)$$

Die Größen  $g_X$  und  $g_Y$  wurden maschinell berechnet und sind in Abb. 25 zusammengestellt. Für unsere Parameter (Abstand der Probe - Eintrittsspalt = 40 mm, Eintrittsspalt-Gittermitte = 100 mm, Gittermitte-Austrittsspalt = 310 mm, Spaltbreite = 30  $\mu$ m, Spalthöhe = 10 mm, Einfallswinkel des Gitters  $87^\circ$ , Gitterbreite 30 mm) ergibt sich  $g_X = 6,07 \cdot 10^{-4}$ ,  $g_Y = 2,24 \cdot 10^{-2}$ . Daraus folgt  $g_S = 1,08 \cdot 10^{-6}$ .

Als Nebenergebnis der Rechnung erhält man die wirksame Probenbreite  $B_X = N_X \Delta X$  und die wirksame Probenhöhe  $B_Y = N_Y \Delta Y$ . Diese Größen sind in Abb. 26 als Funktion des Abstands D für einige Parameter E dargestellt. Die Probenbreite  $B_X$  gemessen in der senkrecht zum Strahl stehenden Probenebene beträgt im vorliegenden Fall 0,77 mm, die Probenhöhe  $B_Y$  ergibt sich zu 11,95 mm.

Das Reflexionsvermögen  $R_G$  des verwendeten Beugungsgitters (2400 Linien/mm, Blaze-winkel 1 Grad, Oberfläche bedampft mit Platin, Einfallswinkel  $86^\circ 45'$ ) wurde experimentell aus dem Verhältnis der Intensitäten in 0. und 1. Ordnung der primär angeregten C K-Bande bestimmt. Aus den Meßkurven ergab sich ein Verhältnis der integralen

Intensitäten I (1. Ordnung): I (0. Ordnung) = 1 : 91, das zur Berechnung von  $R_G$  noch mit dem Faktor  $\frac{\tan\psi \text{ (1. Ordnung)}}{\tan\psi \text{ (0. Ordnung)}}$  multipliziert werden muß, wo  $\psi$  der Abstrahlwinkel vom Beugungsgitter ist. Der Faktor berücksichtigt, daß die Aufnahmen bei schrittweisem Vorschub des Detektorwagens mit gleicher Schrittweite erhalten wurden und gibt das Verhältnis der effektiven Schrittweiten senkrecht zum Strahl an. Das Reflexionsvermögen errechnet sich so zu  $R_G = 3 \%$ . Intensitätsanteile, die vom Gitter in höherer Ordnung reflektiert werden, sind vernachlässigbar, da diesbezügliche Versuche das Ergebnis lieferten, daß die Intensitäten aller höheren Ordnungen zusammen höchstens 2 % der Intensität der 1. Ordnung ergeben, - Bei der Bestimmung von  $R_G$  ist vorausgesetzt, daß im Spektrum nur K-Strahlung enthalten ist. Diese Annahme ist gerechtfertigt, da bei primärer Anregung von Kohlenstoff zum überwiegenden Teil K-Strahlung entsteht<sup>39</sup>. Der Fehler, der durch das in der 0. Ordnung zusätzlich nachgewiesene Bremskontinuum verursacht wird, liegt demnach unter 10 %.

Die Größe  $d_A$ , das Verhältnis der Intensität im Maximum der Bande zur Gesamtintensität der Emissionsbande, hängt von der Dispersion, dem Intensitätsverlauf der Bande und der Austrittsspaltbreite ab. Zur Bestimmung dieses Verhältnisses wurde die Projektion der Breite des Austrittsspalts auf die Detektorlaufbahn ermittelt. Bei 30  $\mu\text{m}$  breitem Spalt ist diese Projektion im Bereich der C K-Bande 193  $\mu\text{m}$  breit, entsprechend  $\Delta\lambda = 0,063 \text{ \AA}$ . Man bildet nun das Verhältnis eines Flächenstreifens dieser Breite im Maximum der C K-Bande zur Gesamtfläche der Bande und erhält  $d_A = 0,046$ .

Die Empfindlichkeit des Multipliers, der mit Goldkathoden versehen war, wird nach den Überlegungen in Kap. 3.4.2.4 zu 18 % angenommen.

Berechnet man mit den oben diskutierten Größen die resultierende Intensität nach Gl. (12), so erhält man  $I(C_{\text{max}}) = 114 \text{ Imp/min.}$  - Die Frage ist, inwieweit dieser berechnete Wert vom Experiment bestätigt wird. Die in Kap. 6 beschriebenen Unter-

suchungen zur Fluoreszenzanregung der Graphit K-Emissionsbande mit der Synchrotronstrahlung hatten folgendes Ergebnis. Bei 4,5 mA Strahlstrom und 4,0 GeV Endenergie der Elektronen ergab sich (ohne Fokussierungsspiegel) bei Spaltbreiten von 60  $\mu\text{m}$  eine Zählrate im Maximum der C K-Bande von 132 Imp/min (Untergrund abgezogen). Die oben berechnete Zählrate ist auf 15 mA Strahlstrom und 30  $\mu\text{m}$  breite Spalte bezogen. Rechnet man das experimentelle Ergebnis auf diese Bedingungen um, so folgt  $I(C_{\text{max}}) = 111,5 \text{ Imp/min}$ , was gut mit dem berechneten Wert übereinstimmt.

Der Wert des Produkts  $g_S R_G d_A E_D$ , das als die Lichtstärke L des Spektrometers definiert wird, kann zusätzlich mit der analog zu Gl. (12) für die Primäranregung lautenden Formel

$$I(C_{\text{max}}) = I_0 g_S R_G d_A E_D \quad (17)$$

überprüft werden, wenn man die bereits bei der Ermittlung von  $R_G$  erwähnten Meßergebnisse der primär erregten C K-Bande heranzieht. Die Intensität  $I_0$  läßt sich nach einer Untersuchung von Campbell<sup>40</sup> über absolute Ausbeuten von Röntgenröhren angeben. Danach werden pro Elektron (Beschleunigungsspannung 2 kV)  $4 \times 10^{-4}$  Photonen ( $\pm 5 \%$ ) isotrop von einer Graphitanode abgestrahlt. Da der Röhrenstrom im Experiment 1,6 mA betrug und von dem 4 mm breiten und 8 mm hohen Brennfleck nur der vierte Teil vom Spektrometer erfaßt wird, errechnet man eine Intensität  $I_0 = 6 \times 10^{13}$  Photonen/min. Setzt man diesen Wert zusammen mit der oben bestimmten Lichtstärke in Gl. (17) ein (die Spaltbreiten betrugen je 20  $\mu\text{m}$ ), so erhält man  $I(C_{\text{max}}) = 6,95 \times 10^3 \text{ Imp/min}$ . Gemessen wurde eine Zählrate im Maximum der primär angeregten C K-Bande von  $7 \times 10^3 \text{ Imp/min}$ . Aus diesem Vergleich folgt, daß die Lichtstärke L mit einem maximalen Fehler von  $\pm 5 \%$  bestimmt wurde.

Einige allgemeine Bemerkungen zur Lichtstärke des Spektrometers seien hier noch angefügt. Wie man den Abb. 25 und 26 entnimmt, ist  $g_X$  und  $g_Y$  umso größer, je näher

die Probe vor dem Eintrittsspalt steht, gleichzeitig nimmt die für das Spektrometer wirksame Probenfläche ab. Eine genaue Berechnung zeigt, daß bei homogen leuchtender Probenoberfläche, die genügend groß ist, bei Abstandsänderung der Probe die Intensität konstant bleibt. Ist die Probe aber kleiner als die aus  $B_X$  und  $B_Y$  (Abb. 26) errechnete Fläche, so bewirkt eine Vergrößerung des Abstands der Probe vom Eintrittsspalt eine Abnahme der Intensität.

Bei konstanten Abständen ist die Größe  $B_i g_i$  ( $i = X, Y$ ) proportional zu jeder der beiden Spaltbreiten. Ist die Spaltbreite sehr viel kleiner als die Projektion des Gitters in die in Abb. 25 dargestellte zum Strahl senkrechte Ebene, so ändert sich  $g_X$  etwa proportional zur Spaltbreite, während sich  $B_X$  nur geringfügig ändert; im anderen Extremfall ist die Gitterbreite ungefähr proportional zu  $B_X$ , während  $g_X$  wenig beeinflußt wird. Zur Intensitätssteigerung wird man bei gegebenem Spektrometer die Spalte möglichst weit öffnen. Dies ist sinnvoll bis zu einer Grenze, die durch das geforderte Auflösungsvermögen gegeben ist. Bei gleichzeitigem Öffnen beider Spalte nimmt die Intensität quadratisch zu, während das Auflösungsvermögen nur linear abnimmt. Bei schmaler Probe bringt es allerdings keinen Intensitätsgewinn, wenn man den Eintrittsspalt weiter öffnet, als es bei gegebener Probenbreite zur vollen Ausleuchtung erforderlich ist. Wesentlich ist ferner, daß der Abstrahlwinkel  $\beta$  (Abb. 24) möglichst klein gewählt wird ( $\beta < 10^\circ$ ). Nach Gl. (13) errechnet man nämlich, daß die Intensität mit abnehmendem Winkel  $\beta$  stets zunimmt, da bei Verkleinerung von  $\beta$  zwar die Selbstabsorption in der Probe zunimmt, aber dafür eine größere Probenfläche ausgenutzt wird, vorausgesetzt, daß eine genügend große, ebene und homogen bestrahlte Probenoberfläche vorliegt.

## 5.2 Steigerung der Intensität durch Fokussierungsspiegel

Zur Intensitätssteigerung läßt sich durch Totalreflexion der primären Synchrotronstrahlung an Konkavspiegeln eine größere Breite des Strahls ausnutzen. Der Inten-

sitätsgewinn ist gegeben durch das Verhältnis  $\frac{R \cdot B}{B_X}$ , wo R das Reflexionsvermögen und B die zusätzlich ausgenutzte Strahlbreite ist. Nur für Reflexionswinkel  $\gamma < 3^\circ$  beträgt das Reflexionsvermögen R für Strahlung aus dem Wellenlängenbereich von 10 bis 40 Å über 50 %<sup>41, 42</sup>. Man muß daher kleine Reflexionswinkel verwenden.

Für die ideale Fokussierung der parallel einfallenden Synchrotronstrahlung müßte die Spiegeloberfläche parabolische Gestalt haben. Da Paraboloidspiegel nicht im Handel erhältlich sind, müssen sphärische Konkavspiegel verwendet werden. Der Reflexionswinkel  $\gamma$  wurde im vorliegenden Fall zu  $2^\circ$  gewählt. Dadurch ist einerseits ein hohes Reflexionsvermögen für Wellenlängen unter 40 Å gewährleistet und andererseits die bei gegebener Spiegellänge erfaßte Strahlbreite nicht zu klein. Der Spiegelradius, der für die Fokussierung des parallel einfallenden Strahlbündels am günstigsten ist, ergibt sich folgendermaßen. Man denkt sich durch den Spiegelmittelpunkt, dessen Abstand z zur Probe vorgegeben ist, eine Parabel gelegt, die den Spiegel tangiert und in deren Fokus die Probe liegt. Als Spiegelradius wählt man den Krümmungsradius  $\rho$  der Parabel am Ort des Spiegelmittelpunkts, der sich aus dem Einfallswinkel  $\gamma$  und der Fokallänge z zu  $\rho = \frac{2z}{\tan \gamma} \sqrt{1 + \tan^2 \gamma}$  ergibt. Setzt man für  $z = 150 \text{ mm}$ ,  $\gamma = 2^\circ$ , so folgt  $\rho = 8,6 \text{ m}$ . - Für die Untersuchungen wurden zwei mit Aluminium bedampfte sphärische Konkavspiegel<sup>+)</sup>  mit je 10 m Radius und einer Spiegelfläche von  $200 \times 15 \text{ mm}^2$  verwendet. Stellt man die beiden Spiegel symmetrisch zur Strahlmitte, so werden von dem 30 mm breiten Strahl zwei je 7 mm breite Strahlbündel auf das Präparat fokussiert. Da bei einem mittleren Abstrahlwinkel  $\beta \approx 30^\circ$  (Abb. 24) ohne Spiegel eine Breite des Synchrotronstrahls von etwa 1 mm ausgenutzt wird, kann die Intensität durch Verwendung der beiden Spiegel maximal um den Faktor 14 zunehmen. Im Experiment wurde eine 10-fach

---

+) Hersteller: Firma Carl Zeiss, Oberkochen

Intensitätssteigerung gemessen. Als gemeinsamer Fokus der beiden Spiegel konnte eine scharfe Linie mit einer Breite von etwa 0,1 mm beobachtet werden.

Für Substanzen, deren charakteristische Strahlung eine größere Wellenlänge als  $44 \text{ \AA}$  besitzt, könnten die Spiegel steiler als  $2^\circ$  zur optischen Achse geneigt werden, ohne daß ein Verlust an Reflexionsvermögen eintritt. Da aber die ausnutzbare Strahlbreite höchstens 30 mm beträgt, ist keine allzu hohe Steigerung der Intensität zu erwarten.

### 5.3 Einfluß des Streuuntergrunds

Bei den Messungen der Absorptionsspektren, bei denen die Synchrotronstrahlung auf das Gitter gerichtet war, trat ein hoher Streuuntergrund auf, der mit zunehmender Entfernung des Detektors vom Gitter abnahm. Wurde beispielsweise das Synchrotron bei 3 GeV und 3 mA betrieben und betrugen die Spaltbreiten je 20  $\mu\text{m}$ , dann ergab sich eine Intensität des Streuuntergrundes von etwa  $10^5 \text{ Imp/min}$ . Da es bei den Absorptionsmessungen nur auf die energetische Lage der Maxima ankam, störte dieser Untergrund nicht; denn die Zählratenänderungen der vermessenen Kanten lagen zwischen  $10^4$  und  $10^5 \text{ Imp/min}$ . (Zur Herabsetzung des Streuuntergrundes müßte man mit einem Umlenkspiegel<sup>4</sup> die harte Komponente der Synchrotronstrahlung abtrennen.)

Bei der Fluoreszenzanregung betrug die Intensität der Streustrahlung ohne besondere Abschirmungsmaßnahmen ebenfalls etwa  $10^5 \text{ Imp/min}$ . Die nach Kap. 5.1 berechneten Intensitäten der angeregten Strahlung liegen in der Größenordnung von 100  $\text{Imp/min}$  und können bei einem derartig hohen Untergrund nicht mehr nachgewiesen werden.

Durch Einbau von Trennwänden zwischen Probenraum und Spektrometer sowie von Abschirmungshäusen für die Detektoren konnte der Streuuntergrund um den Faktor  $10^3$  bis  $10^4$  verringert werden.

#### 5.4 Schwierigkeiten durch den Betrieb des Synchrotrons

Bevor auf die Ergebnisse eingegangen wird, muß auf einige Schwierigkeiten hingewiesen werden, welche die Erzielung befriedigender Intensitäten der in Fluoreszenz erregten Spektren beeinträchtigten. Allgemein sind bei der Fluoreszenzanregung geringe Zählraten zu erwarten, auch wenn das Synchrotron mit maximaler Stromstärke (gegenwärtig etwa 20 mA) betrieben wird. In der Regel wird jedoch eine Stromstärke unter 10 mA gewählt, wodurch lange Meßzeiten erforderlich werden. Während langer Meßzeiten ( $> 20$  Std.) wird aber im allgemeinen die maximale Elektronenenergie  $E_{\max}$  verändert. Die Schwierigkeit besteht nun darin, daß das Verhältnis Streustrahlung zu Nutzstrahlung stark mit der Elektronenenergie zunimmt. Während bei 3 GeV dieses Verhältnis 1 beträgt, steigt es bei 6 GeV auf 6 an. Eine Messung wird daher meist unbrauchbar, wenn während der Aufnahme des Spektrums die Elektronenenergie geändert wird. Ferner ist nach Abb. 3 ersichtlich, daß ab einer Elektronenenergie  $E_{\max}=4,5$  GeV die Intensität der Nutzstrahlung ( $\lambda > 2 \text{ \AA}$ ) nicht weiter ansteigt. - Wird das Synchrotron mit Strahlströmen unter 3 mA betrieben, so ist eine Messung nicht mehr lohnend. Bei abnehmendem Strahlstrom bleibt zwar das Verhältnis Nutzstrahlung zu Streustrahlung unverändert, aber der Einfluß des Nulleffekts des Multipliers nimmt allmählich zu. Ein Verhältnis 1:10 der Nulleffektrate zur Nutzimpulsrate dürfte die Grenze der praktischen Verwertbarkeit darstellen.

## 6. ERGEBNISSE

### 6.1 Die mit der Synchrotronstrahlung in Fluoreszenz erregten Emissionsbanden von Kohlenstoff, Bor und Beryllium

Wie die Überlegungen des vorhergehenden Abschnittes zeigen, ist die Fluoreszenzanregung mit der Synchrotronstrahlung im Gebiet der ultraweichen Röntgenstrahlen nur bei höheren Strahlströmen und bei Elektronenenergien bis 4,5 GeV erfolgversprechend. Diese Bedingungen waren in letzter Zeit nur sehr selten gleichzeitig gegeben. Aus diesem Grund sind die Ergebnisse der bisherigen Messungen<sup>4,3</sup>, bei denen pro Spektrum etwa 16 Stunden Meßzeit zur Verfügung standen, nur als vorläufig zu betrachten.

#### 6.1.1 Kohlenstoff

Aus verschiedenen Gründen schien die K-Strahlung des Kohlenstoffs ( $\lambda = 44,8 \text{ \AA}$ ) für die ersten Versuche die geeignetste Strahlung zu sein. Der Einfallswinkel des Beugungsgitters betrug  $86^\circ 45'$ , das Gitter war mit Platin bedampft und hatte 2400 Linien/mm bei einem Blazewinkel von  $1^\circ$ . Die Messungen wurden mit polykristallinem und einkristallinem Graphit sowie mit Diamant durchgeführt.

##### 6.1.1.1 Polykristalliner Graphit

Polykristalliner Graphit wurde in Form von ebenen, matt polierten Plättchen (Länge 3 cm, Höhe 1,5 cm, Dicke 0,8 mm) aus Spektralkohle<sup>+)</sup> höchster Reinheit ( $> 99,9 \%$ ) verwendet. Das in Fluoreszenz erhaltene Spektrum zeigt Abb. 27. Der Strom im Synchrotron betrug 4,5 mA, die Elektronenenergie  $E_{\text{max}}$  war 4 GeV. Bei einer Meßzeit pro Punkt von 8 Minuten wurden im Maximum der Bande 2300 Impulse gezählt.

Während der Prüfung des Spektrometers wurde, wie bereits mehrfach erwähnt, die C K-Emissionsbande von primär angeregtem Graphit der gleichen Herkunft gemessen. Das Ergebnis ist als ausgezogene Kurve in Abb. 27 eingetragen. Die Abbildung zeigt,

---

<sup>+)</sup>  Hersteller: Ringsdorff-Werke GmbH, Bad Godesberg

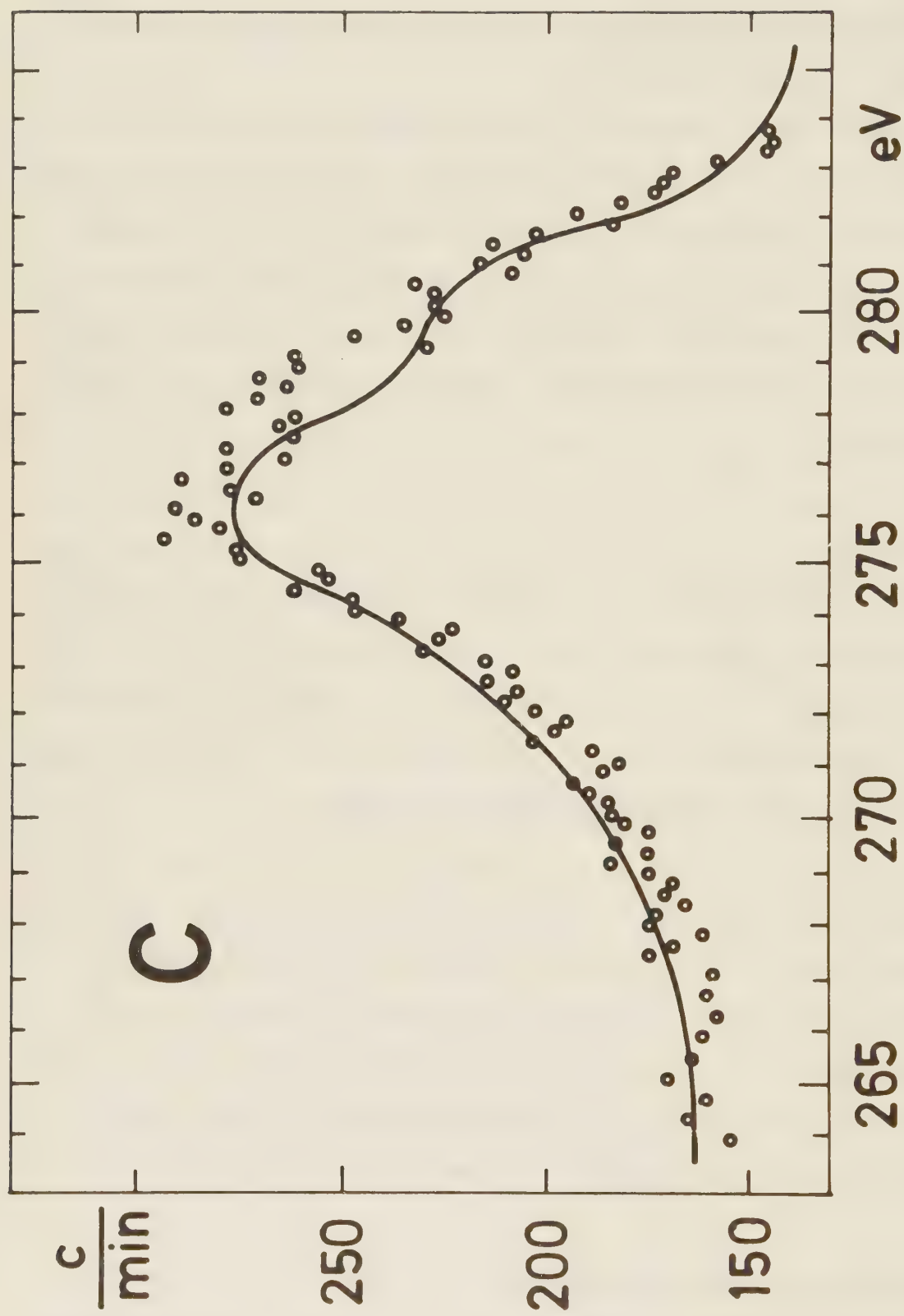


Abb. 27 C K-Emissionsbande des polykristallinen Graphits, angeregt in Fluoreszenz mit der Synchrotronstrahlung (Kreise). Die ausgezogene Kurve wurde bei gleichen Bedingungen des Spektrometers in Primäranregung gemessen.

daß die in Fluoreszenz erhaltene Bande mit der primär angeregten Bande bezüglich energetischer Lage, Breite und Intensitätsverlauf im ganzen übereinstimmt.

#### 6.1.1.2 Einkristalliner Graphit

Die Probe aus einkristallinem Graphit<sup>+)</sup>  besaß eine etwas wellige, metallisch glänzende Oberfläche, die parallel zu den Spaltebenen orientiert war. In Abb. 28 ist das Spektrum, das Ergebnis von 4 Einzelmessungen, dargestellt. Das Synchrotron wurde bei 3 GeV mit 6 - 9 mA betrieben. Die Meßzeit pro Punkt betrug insgesamt etwa 5 Minuten, im Maximum der Bande wurden 550 Impulse gezählt. Das Auflösungsvermögen betrug 0,9 eV entsprechend dem Abstand von 5 Meßpunkten. Man kann daher ohne Verlust an Auflösungsvermögen zur nachträglichen Glättung der Schwankungen für jeden Meßpunkt den arithmetischen Mittelwert aus diesem Meßpunkt und den beiden benachbarten Punkten links und rechts bestimmen. In Abb. 28 ist das Ergebnis dieser Mittelung dargestellt. Die Bande (Halbwertsbreite 7 eV) ist um 2 eV schmaler als die Bande des polykristallinen Graphits und zeigt einige Strukturen auf der niederenergetischen Flanke, die allerdings wegen des hohen statistischen Fehlers noch nicht als gesichert gelten können.

Es ist interessant, die Kohlenstoff K-Bande von Graphit mit neuesten Untersuchungen des Valenzbandes von Graphit nach der ESCA Methode<sup>++)</sup> zu vergleichen. In Abb. 29 ist die in Primäranregung gemessene Kohlenstoff K-Emissionsbande von polykristallinem Graphit (ausgezogene Kurve) und das nach der ESCA Methode erhaltene Photoelektronenspektrum von Graphit nach Hamrin et al.<sup>45</sup> (gestrichelte Kurve) wiedergegeben. Die beiden Kurven sind auf gleiche Höhe normiert. Die angegebenen Energien sind die Photonenenergien bzw. für die ESCA Messung die Energiedifferenzen zum 1s Niveau.

---

+) Herrn Dr. G. Wiech danke ich für die Überlassung der Probe

++) Bei der ESCA Methode<sup>44</sup> (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) wird die Energieverteilung der durch monochromatische Röntgenstrahlung losgelösten Elektronen einer Probe mit Spektrometern hoher Auflösung gemessen.

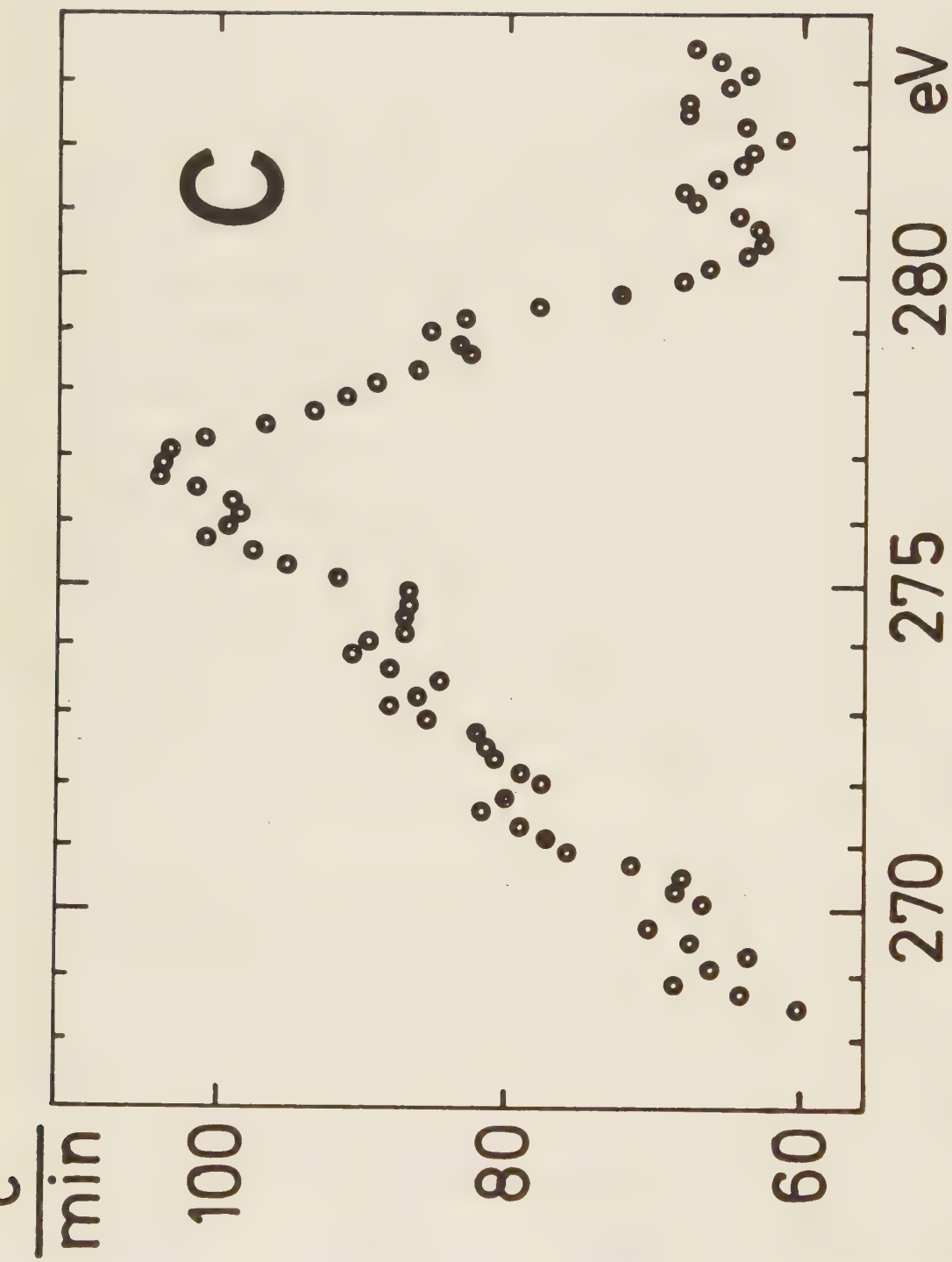


Abb. 28 C K-Emissionsbande von einkristallinem Graphit, angeregt in Fluoreszenz mit der Synchrotronstrahlung

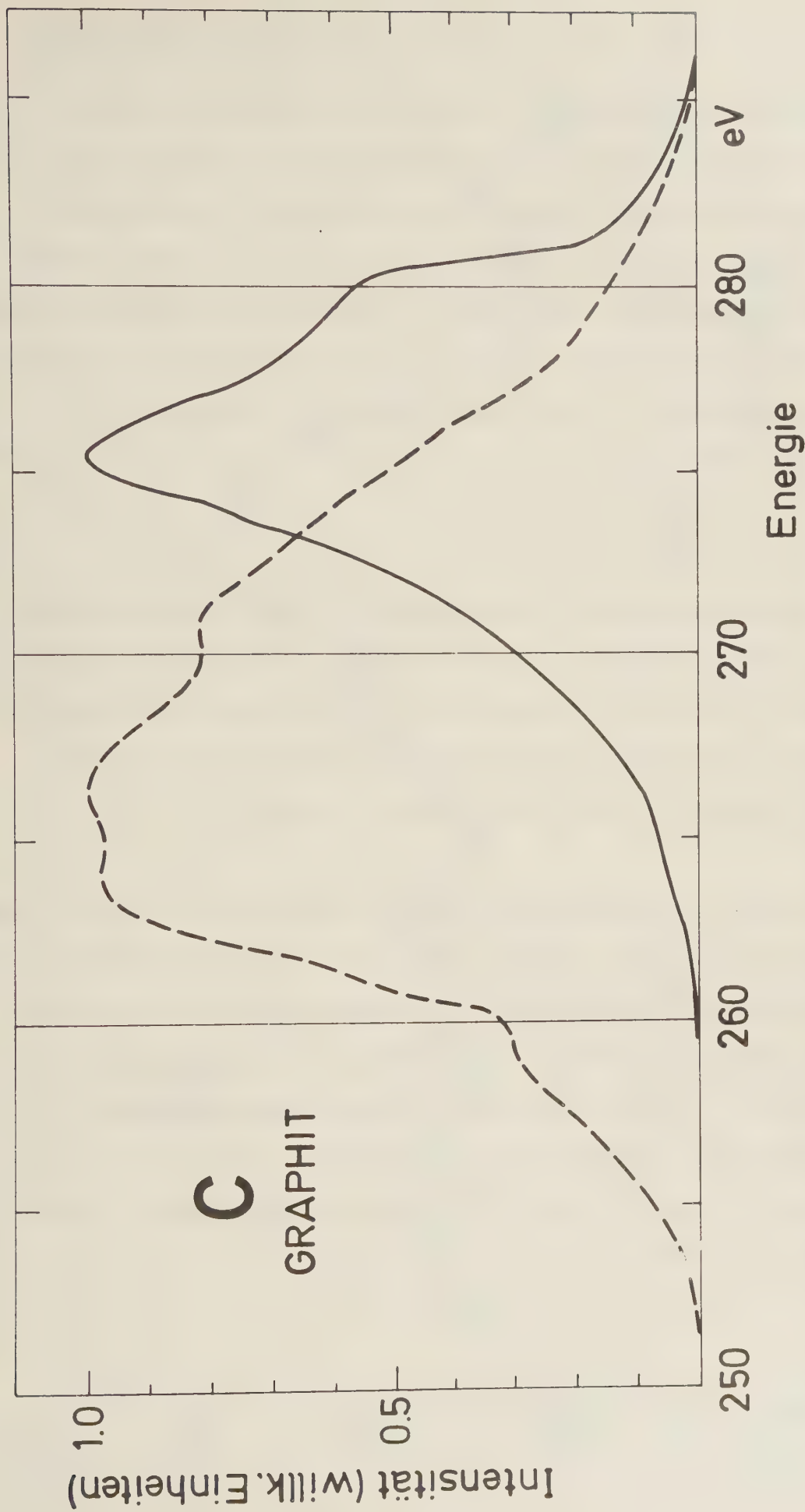


Abb. 29 Polykristalliner Graphit: K-Röntgenemissionsbande (ausgezogene Kurve) und Photoelektronenspektrum des Valenzbandes nach der ESCA Methode<sup>45</sup> (gestrichelte Linie). Abszisse: Photonenenergie bzw. Differenz der Elektronenenergie zum 1s Niveau

Eine Übereinstimmung besteht nur hinsichtlich der Lage der hochenergetischen Grenze. Im übrigen fällt auf, daß da, wo die Röntgenbande hohe Intensität besitzt, das Photoelektronenspektrum geringe Intensität aufweist und umgekehrt. Wegen der Auswahlregeln erfaßt man mit der K-Bande die Elektronen mit p-Charakter, mit der Photoelektronenmethode die Elektronen mit s-Charakter - ebenfalls auf Grund von "Auswahlregeln"<sup>45</sup>. Man ist also in der Lage, auch bei Elementen der 2. Periode, die keine L-Spektren besitzen<sup>46,47</sup>, die Gesamtstruktur des Valenzbandes zu erfassen, wenn man sich beider Methoden bedient.

#### 6.1.1.3 Diamant

Als Probe für die Untersuchungen von Diamant diente ein Stück<sup>+)</sup>  mit einer ebenen, optisch polierten Fläche der Größe 4 x 8 mm<sup>2</sup>. Abbildung 30 zeigt die Überlagerung von 4 Einzelmessungen, wobei über je drei Punkte gemittelt wurde. Das Synchrotron wurde bei 4,3 GeV mit 7 - 8 mA betrieben. Im Maximum der Bande wurden bei einer Gesamtmeßzeit von 5 Minuten pro Punkt etwa 700 Impulse gezählt.

Die K-Bande von Diamant, die bisher nur mit Primäranregung beobachtet wurde<sup>48</sup>, zeigt gegenüber der K-Bande von Graphit deutlich erkennbare Unterschiede bezüglich Struktur und energetischer Lage des Hauptmaximums. Die Verschiebung des Bandenmaximums gegenüber dem des Graphits nach höheren Energien stimmt mit den Meßergebnissen bei Primäranregung überein. Die Halbwertsbreite des Hauptmaximums beträgt etwa 7 eV. Das charakteristische breite und abgeflachte Maximum der mit Primäranregung erhaltenen Diamantbande ist auch bei dem in Fluoreszenz erregten Spektrum angedeutet, wie Abb. 30 zeigt.

---

+) Lieferfirma: Winter Ernst u. Sohn, Hamburg

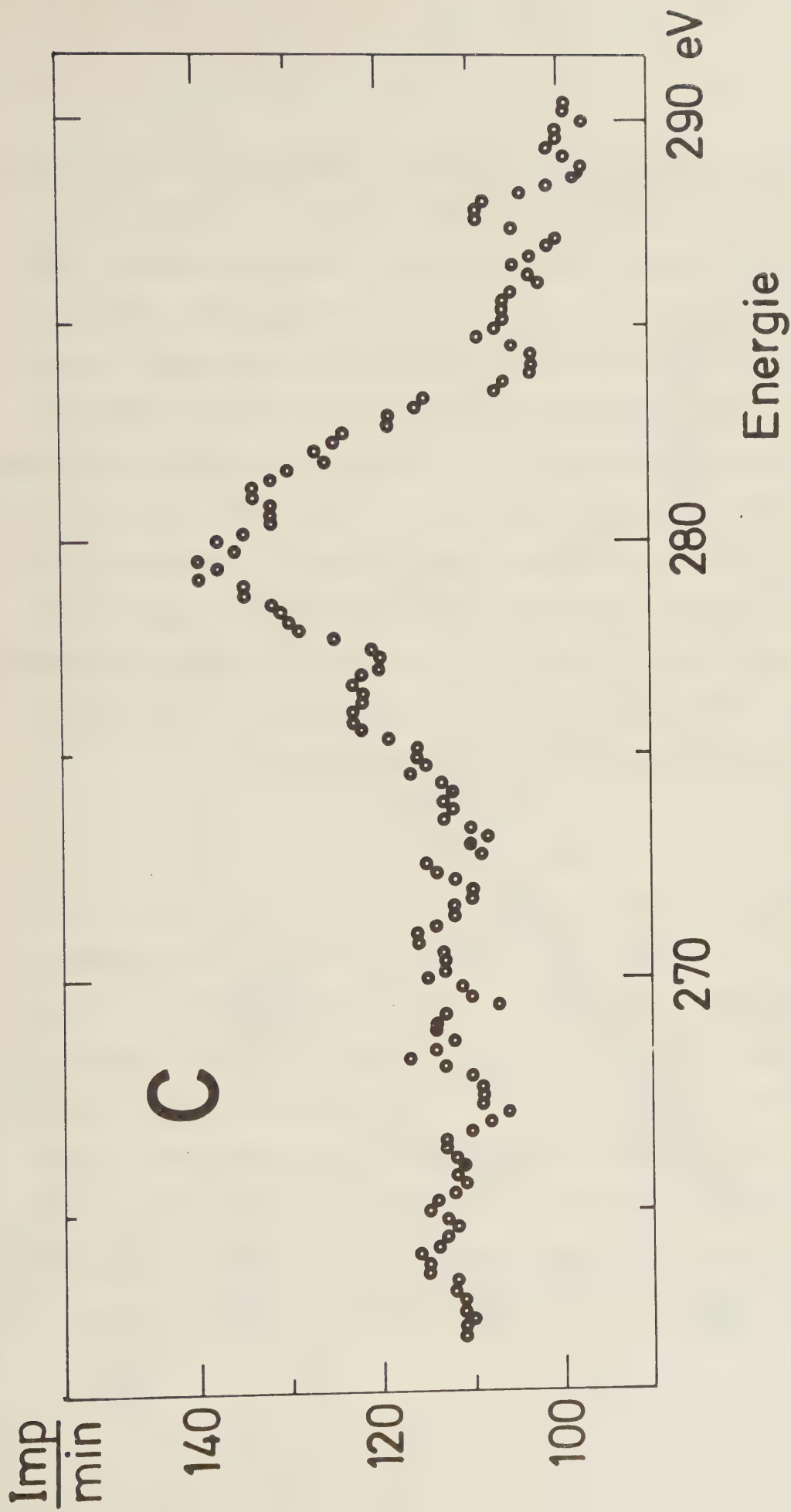


Abb. 30 C K-Emissionsbande von Diamant, angeregt in Fluoreszenz durch die Synchrotronstrahlung

### 6.1.2 Bor

Für die Messung diente kristallines Bor mit einer Reinheit von 99,8 %. In Abb. 31 ist das Ergebnis einer Einzelmessung dargestellt. Das Synchrotron wurde bei 6,3 GeV mit 11 mA betrieben. Bei einer Meßzeit von 5 Minuten pro Meßpunkt wurden im Maximum 300 Impulse gezählt. Im Gegensatz zu den vorhergegangenen Messungen, bei denen ein mit Platin bedampftes Gitter von 2400 Linien/mm verwendet wurde, ist für Bor und das nachfolgend beschriebene Beryllium ein mit Gold bedampftes Gitter mit 1200 Linien/mm (Blazewinkel  $1^{\circ} 47'$ ) eingesetzt worden. Die Spaltbreiten des Spektrometers waren auf 30  $\mu\text{m}$  eingestellt. Damit ergibt sich für Bor ein Auflösungsvermögen von 0,43 eV, entsprechend einem Abstand von 3 Meßpunkten. In der Darstellung ist der arithmetische Mittelwert zweier benachbarter Meßwerte aufgetragen. Die ausgezogene Kurve in Abb. 31 ist eine mit Primäranregung von Hoffmann et al.<sup>49</sup> erhaltene B K-Bande, mit der das in Fluoreszenz erhaltene Spektrum bezüglich der energetischen Lage und Struktur gut übereinstimmt.

### 6.1.3 Beryllium

Zur Fluoreszenzanregung der K-Bande des metallischen Berylliums wurde ein ebenes Blech (Reinheit 99,5 %) verwendet. Bei 6,45 GeV und 15 mA Strahlstrom wurden bei einer Einzelmessung (Meßzeit pro Punkt 4,6 min) im Maximum der Bande 140 Impulse gezählt. Das Auflösungsvermögen betrug 0,15 eV, gemittelt wurde über zwei Meßpunkte (Abb. 32). Der Vergleich mit einer in Primäranregung von Wiech<sup>50</sup> erhaltenen Be K-Bande zeigt, daß die beiden Messungen bezüglich der energetischen Lage der Bande gut übereinstimmen. Zur Erkennung von Strukturdetails sind die statistischen Schwankungen noch zu groß, immerhin ist der flache Anstieg auf der niederenergetischen Seite und der steile Abfall an der hochenergetischen Seite gut erkennbar.

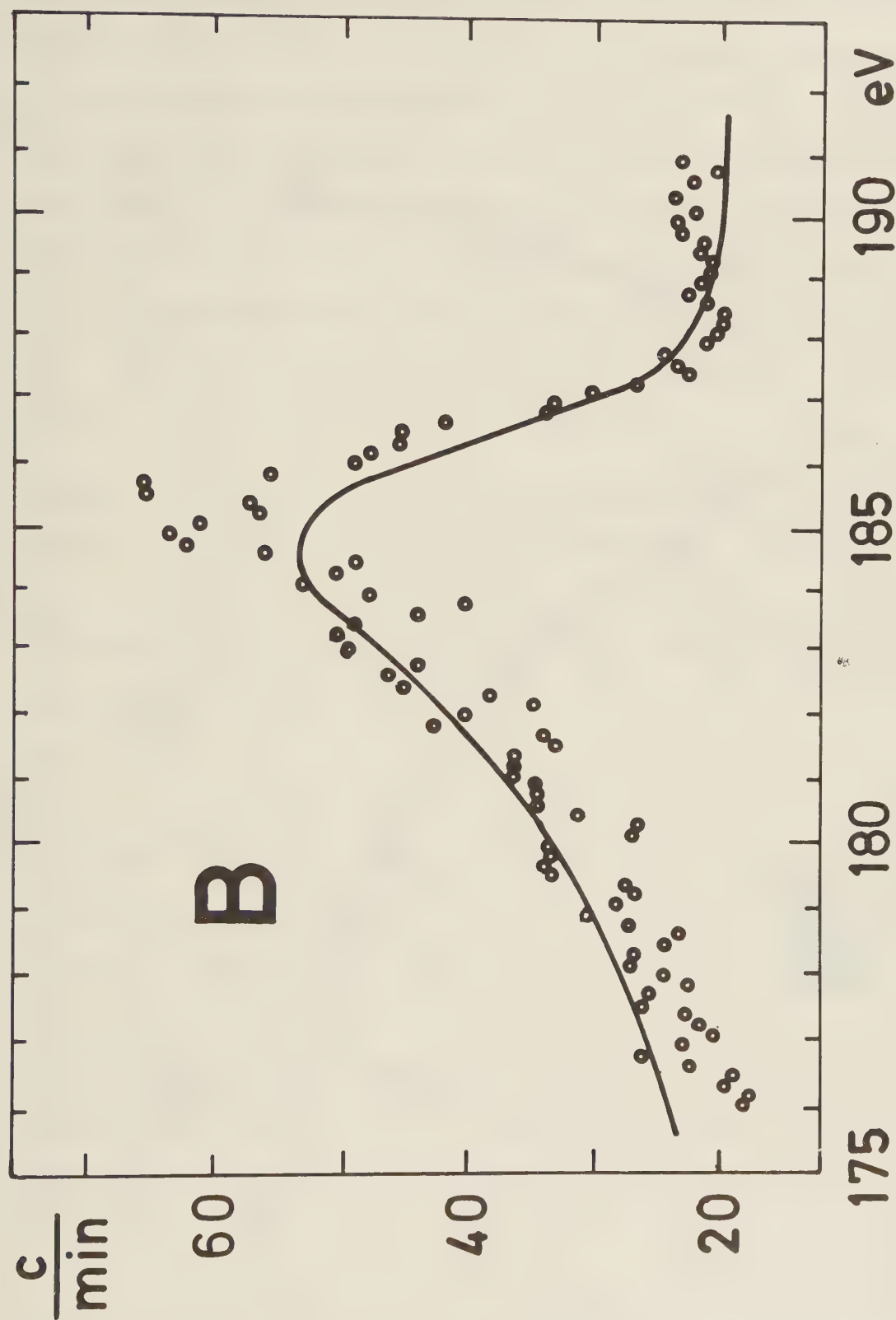


Abb. 31 B K-Emissionsbande von kristallinem Bor, angeregt in Fluoreszenz durch die Synchrotronstrahlung (Kreise). Die ausgezogene Kurve gibt eine Messung von aufgedampftem Bor in Primäranregung nach Hoffmann et al.<sup>49</sup> wieder.

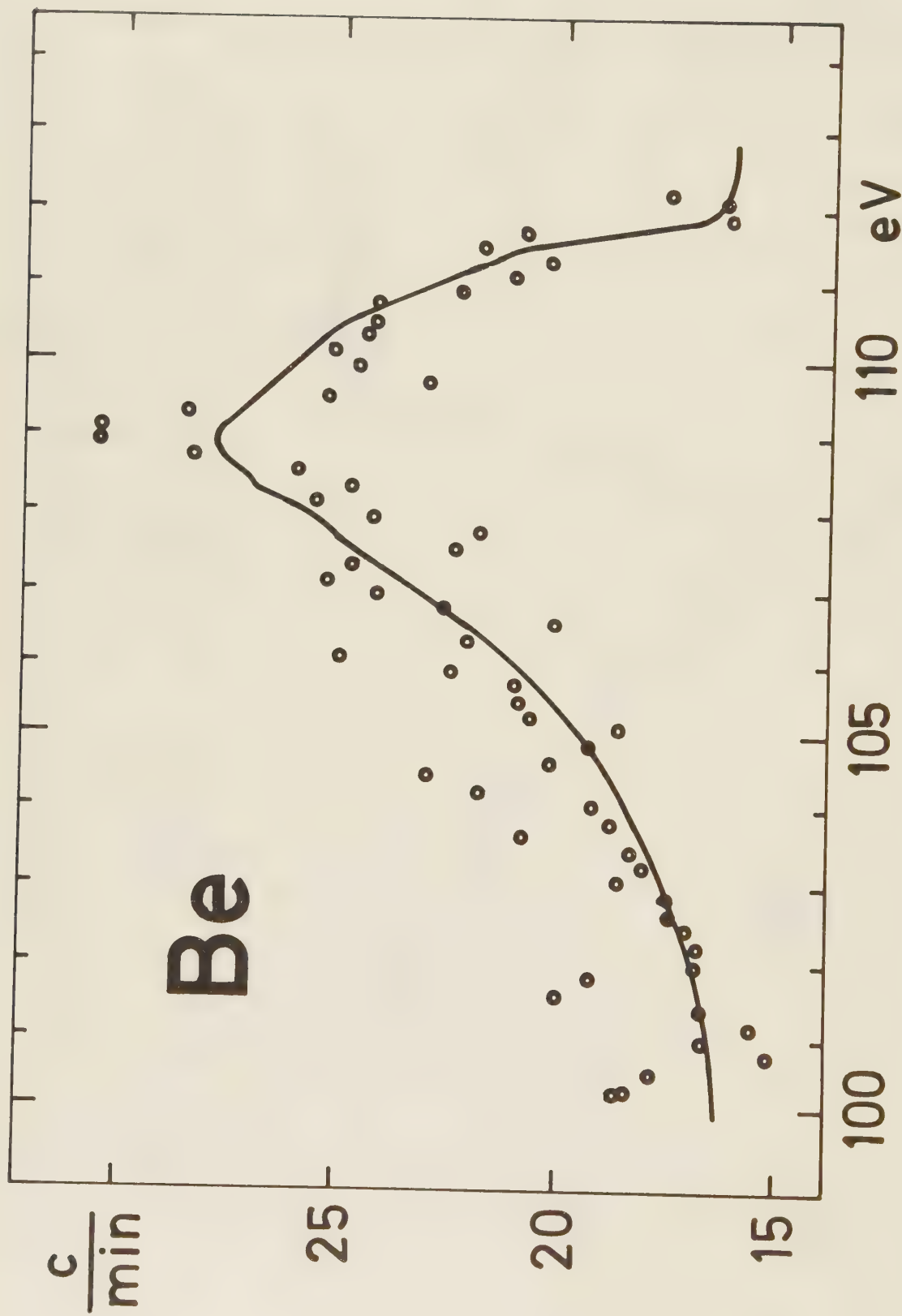


Abb. 32 Be K-Emissionsbande von metallischem Beryllium, angeregt in Fluoreszenz durch die Synchrotronstrahlung (Kreise). Die ausgezogene Kurve gibt eine Messung von Beryllium mit Primäranregung nach Wiech<sup>50</sup> wieder.

## 6.2 Bestimmung der Fluoreszenzausbeute von Beryllium, Bor und Kohlenstoff

### 6.2.1 Berechnung der Zahlenwerte

Aus der bekannten Intensität der auf die Probe fallenden Synchrotronstrahlung und unter Berücksichtigung der Absorption in der Probe, ferner aus der Lichtstärke des Spektrometers und der Intensität der in Fluoreszenz erregten Banden von Beryllium, Bor und Kohlenstoff lassen sich die Werte für die Fluoreszenzausbeute bei diesen Elementen bestimmen. Die Berechnung, für die die Bezeichnungen aus Kap. 5.1 übernommen werden, erfolgt nach Gl. (12), die nach  $\omega_K$  aufgelöst lautet:

$$\omega_K = \frac{I(\max)}{I_0 g_S R_G d_A E_D} \quad (12a)$$

Für das Element Kohlenstoff kann die Fluoreszenzausbeute unmittelbar berechnet werden, da alle Größen auf der rechten Seite von Gl. (12a) bereits in Kap. 5.1 ermittelt wurden. Man erhält für Kohlenstoff den Wert  $\omega_K = 8,8 \times 10^{-4}$ . Im folgenden werden die für die Berechnung erforderlichen Größen von Beryllium und Bor bestimmt.

Für Beryllium ergab sich bei 6,45 GeV und 15 mA Strahlstrom im Maximum der in Fluoreszenz erregten Bande (Abb. 32) eine Intensität  $I(\text{Be}_{\max}) = 13 \text{ Imp/min}$ , während für Bor bei 6,3 GeV und 11 mA (Abb. 31) 40 Imp/min gemessen wurden, was umgerechnet auf 15 mA Strahlstrom  $I(\text{B}_{\max}) = 54,5 \text{ Imp/min}$  ergibt.

Die Größen  $I_0$  sind für die Bedingung, daß der Beschleuniger bei 6 GeV und 15 mA betrieben wird, bereits in Tab. 1 (Kap. 5.1) angegeben worden. Die Werte lauten für Beryllium  $I_0 = 3,0 \times 10^{14} \text{ Photonen/min}$  und für Bor  $I_0 = 3,9 \times 10^{14} \text{ Photonen/min}$ .

Der Geometriefaktor  $g_S$  ergibt sich nach Abb. 25 für Beryllium zu  $g_S = \frac{1}{4\pi} g_X g_Y = \frac{1}{4\pi} 7 \times 10^{-4} \cdot 1,8 \times 10^{-2} = 1,03 \times 10^{-6}$  und für Bor zu  $g_S = \frac{1}{4\pi} 7 \times 10^{-4} \cdot 2,2 \times 10^{-2} = 1,22 \times 10^{-6}$ .

Zur Ermittlung des Reflexionsvermögens des Beugungsgitters wurde für Beryllium mit Primäranregung das Verhältnis der integralen Intensitäten der Meßkurven von 0. und 1. Ordnung zu 100 : 1 bestimmt. Zusammen mit dem in Kap. 5.1 eingeführten Faktor  $\frac{\tan\psi \text{ (1. Ordnung)}}{\tan\psi \text{ (0. Ordnung)}} = 3,1$  ergibt sich für das mit Gold bedampfte Gitter bei der Wellenlänge  $\lambda = 114 \text{ \AA}$  ein Reflexionsvermögen von  $R_G = 3,1 \%$ . Das Reflexionsvermögen war zwar außerdem noch für die Kohlenstoff K-Strahlung ( $R_G = 2 \%$ ) experimentell bestimmt worden, nicht aber für die Bor K-Strahlung. Da das Reflexionsvermögen von ebenen Goldschichten bei einem Reflexionswinkel von etwa  $7^\circ$  (entsprechend dem mittleren Reflexionswinkel des Beugungsgitters) nahezu linear mit der Wellenlänge ansteigt<sup>42</sup>, wurde  $R_G$  für die Bor K-Strahlung ( $\lambda = 67 \text{ \AA}$ ) durch lineare Interpolation zwischen den beiden Werten für  $\lambda = 44,8 \text{ \AA}$  und  $\lambda = 114 \text{ \AA}$  ermittelt. Daraus folgt für die Bor K-Strahlung  $R_G = 2,3 \%$ . Der Fehler wird auf  $\pm 10 \%$  geschätzt.

Bei einem Austrittsspalt der Breite  $30 \text{ }\mu\text{m}$  errechnet man für das Verhältnis  $d_A$  der Intensität im Maximum der Bande zur Gesamtintensität der Bande für Beryllium  $d_A = 0,025$  und für Bor  $d_A = 0,073$ .

Die Empfindlichkeit  $E_D$  des Detektors wurde in Kap. 3.4.2.4 für die Wellenlänge  $\lambda = 44,8 \text{ \AA}$  zu  $18 \%$  bestimmt. Für andere Wellenlängen kann die Ausbeute des Multipliers durch Extrapolation berechnet werden, da die Quantenausbeute proportional zum Verlauf des linearen Absorptionskoeffizienten des Kathodenmaterials mit der Wellenlänge ist<sup>30</sup>. Der Absorptionskoeffizient für Gold wurde aus einer Arbeit von Haensel et al.<sup>25</sup> entnommen. Er beträgt für  $\lambda = 44,8 \text{ \AA}$   $3 \times 10^5 \text{ cm}^{-1}$ , für  $\lambda = 67 \text{ \AA}$   $2 \times 10^5 \text{ cm}^{-1}$  und für  $\lambda = 114 \text{ \AA}$   $2,5 \times 10^5 \text{ cm}^{-1}$ . Damit ergibt sich für  $\lambda = 67 \text{ \AA}$  eine Empfindlichkeit  $E_D = 12 \%$  und für  $\lambda = 114 \text{ \AA}$   $E_D = 15 \%$ .

Damit sind alle Größen für die Berechnung von  $\omega_K$  gegeben. Durch Einsetzen in Gl. (12a) erhält man für die Fluoreszenzausbeuten die folgenden Werte:

|                       |                                   |
|-----------------------|-----------------------------------|
| Beryllium             | $\omega_K = 3,6 \times 10^{-4}$   |
| Bor                   | $\omega_K = 5,7 \times 10^{-4}$   |
| Kohlenstoff (Graphit) | $\omega_K = 8,8 \times 10^{-4}$ . |

### 6.2.2 Fehlerbetrachtung

Die Fehlerbetrachtung nach Gl. (12a) wird für die Fluoreszenzausbeute von Beryllium, Bor und Kohlenstoff gemeinsam durchgeführt. Für den Fehler der jeweiligen Größen  $I(\max)$  wird ein statistischer Fehler von  $\pm 15$  % angenommen. - Zur Ermittlung des Fehlers der Größe  $I_0$  dient Gl. (13). Eine genaue Überprüfung ergab, daß bei den angenommenen Fehlern der einzelnen Größen von Gl. (13) nur Abweichungen der beiden Größen  $\mu(\lambda_{K\alpha})$  und  $\tan \beta$  den Wert  $I_0$  wesentlich beeinflussen. So ergibt eine Veränderung des Wertes  $\mu(\lambda_{K\alpha})$  um  $\pm 10$  % eine Änderung von  $I_0$  um  $\mp 5$  %. Eine Änderung des Abstrahlwinkels  $\beta$  (Abb. 24) um  $\pm 5^\circ$  bewirkt eine Veränderung der maßgeblichen, mit  $\frac{1}{\tan \beta}$  multiplizierten Größe  $I_0$  um  $\mp 10$  %. Nimmt man für  $\mu(\lambda_{K\alpha})$  einen relativen Fehler von  $\pm 15$  % an und für  $\beta$  den Wert  $\Delta\beta = \pm 7,5^\circ$ , so folgt für  $I_0$  ein mittlerer Fehler von 21 %.

Der Fehler der Lichtstärke  $L$  (Kap. 5.1) läßt sich anhand der Messungen der Kohlenstoff K-Bande und der Beryllium K-Bande in Primäranregung und den Berechnungen nach Gl. (17) (Kap. 5.1) abschätzen. Das Ergebnis ist, daß die unter Verwendung der von Campbell<sup>40</sup> angegebenen Ausbeutekoeffizienten (Fehler 5 bzw. 10 %) berechneten Intensitäten bis auf wenige Prozent mit den gemessenen Intensitäten übereinstimmen. Daher kann der Gesamtfehler der Lichtstärke maximal  $\pm 10$  % betragen. Für die Bor K-Strahlung wird dieser Fehler wegen der zusätzlichen Unsicherheit des Reflexionsvermögens  $R_G$  von 10 % zu 15 % angenommen.

Zusammenfassend ergibt sich aus obigen Betrachtungen ein mittlerer Gesamtfehler der Fluoreszenzausbeuten für Beryllium, Bor und Kohlenstoff von  $\pm 30$  %.

### 6.2.3 Diskussion

Die oben beschriebenen Messungen stellen Absolutbestimmungen der Fluoreszenzausbeute für Beryllium, Bor und Kohlenstoff dar. Außer den Ergebnissen von Locher<sup>51</sup> für Sauerstoff und Neon, die um eine Größenordnung zu hoch liegen dürften, gibt es für Ordnungszahlen  $Z < 10$  lediglich die Resultate von Crone<sup>37</sup> für die Elemente Kohlenstoff, Stickstoff, Sauerstoff und Neon, die mit einem maximalen Fehler von  $\pm 45\%$  relativ zur Fluoreszenzausbeute von Neon bestimmt wurden, wobei für Neon, wie erwähnt, ein theoretischer Wert zugrunde gelegt ist.

In Abb. 33 sind die in der vorliegenden Arbeit mit Hilfe der Synchrotronstrahlung ermittelten Fluoreszenzausbeuten sowie die Ergebnisse von Crone eingetragen. Eingezeichnet sind ferner die bisher einzigen theoretisch berechneten Ergebnisse<sup>52</sup> für Bor ( $\omega_K = 5,6 \times 10^{-4}$ ) und Kohlenstoff ( $\omega_K = 2,6 \times 10^{-3}$ ; dieser Wert ist offensichtlich zu hoch) und der Verlauf der Fluoreszenzausbeute in Abhängigkeit von der Ordnungszahl  $Z$  gemäß einer von Burhop<sup>53</sup> diskutierten Formel

$$\omega_K = (1 + a_K Z^{-4})^{-1} \quad (18)$$

mit einer theoretisch berechneten Konstante  $a_K$  und einem durch beste Anpassung von Gl. (18) an experimentelle Werte für  $Z = 13$  bis 79 ermittelten Wert  $a_K$ . Wie man aus der Abbildung ersieht, bestätigen die experimentellen Werte von Beryllium bis Kohlenstoff gut die durch Gl. (18) vorhergesagten Fluoreszenzausbeuten.

Der nach Gl. (18) berechnete Wert der Fluoreszenzausbeute von Bor ( $\omega_K = 5,9 \times 10^{-4}$ ) schien bereits nach einer Untersuchung von Campbell<sup>40</sup> plausibel. Campbell konstruierte nämlich aus diesem Wert und den Ergebnissen von Röntgenausbeutemessungen in Abhängigkeit von der Energie der anregenden Elektronen nach einer Theorie von Archard<sup>54</sup> eine 'Ausbeutekurve', die nur mit einer Streuung von 25 % über der für Elemente höherer Ordnungszahl bestätigten 'universellen Ausbeutekurve' lag und

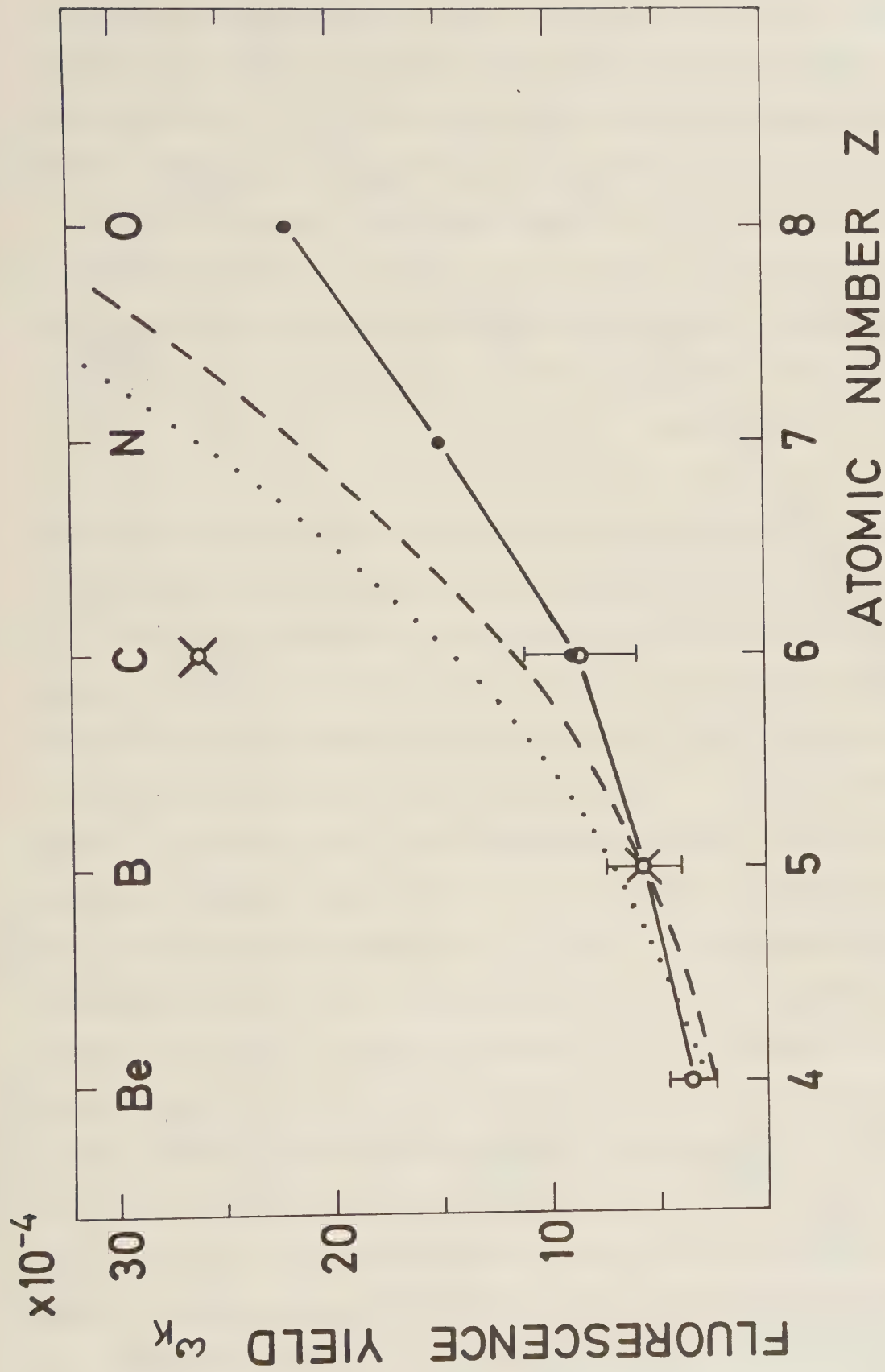


Abb. 33 Die mit Hilfe der Synchrotronstrahlung bestimmten Werte der Fluoreszenzausbeute von Be, B und C (o) (mit Fehler-  
 schranken), die Werte von C, N und O nach Crone<sup>37</sup> (•) und zwei theoretische Werte für B und C (x) nach McGuire<sup>52</sup>.  
 Ferner ist der Verlauf der Fluoreszenzausbeute nach Gl. (18) für  $a_K = 0,9 \times 10^6$  (theoretischer Wert<sup>53</sup>, punktierte  
 Kurve) und für  $a_K = 1,12 \times 10^6$  (aus experimentellen Ergebnissen angepaßter Wert<sup>53</sup>, gestrichelte Kurve) dargestellt.

folgte daraus die Gültigkeit des nach Gl. (18) berechneten Werts  $\omega_K$  für Bor. Mit dem ebenfalls nach Gl. (18) berechneten Wert von Beryllium  $\omega_K = 2,8 \times 10^{-4}$  dagegen erhielt Campbell eine Kurve, die um den Faktor 2 bis 3 tiefer lag als die universelle Kurve, eine Diskrepanz, die bei Gültigkeit der Theorie für Beryllium nur mit dem Wert  $\omega_K(\text{Be}) \approx 10^{-4}$  beseitigt werden könnte. Da der mit Hilfe der Synchrotronstrahlung ermittelte Wert für die Fluoreszenzausbeute von Beryllium etwa 3 mal größer ist, muß angenommen werden, daß die Theorie von Archard für Elemente mit niedriger Ordnungszahl nicht mehr anwendbar ist, was auch bereits von Campbell<sup>40</sup> vermutet wurde.

Wie man aus Abb. 33 weiter ersieht, weichen ab  $Z = 6$  die experimentellen Werte erheblich von den theoretischen Vorhersagen ab. Nach einem Vorschlag von Byrne und Howarth<sup>55</sup> trägt man zur besseren Beurteilung der Ergebnisse die Größe  $\ln(\frac{1}{\omega_K} - 1)$  gegen  $\ln Z$  auf. Alle experimentellen Werte für  $Z \geq 13$  (nur diese sind bisher berücksichtigt worden) liegen dann in guter Näherung auf einer Geraden. In Abb. 34 sind in der Darstellung nach Byrne und Howarth die mit Hilfe der Synchrotronstrahlung ermittelten Ergebnisse für Be, B und C dargestellt. Ferner sind die Werte von Crone<sup>37</sup> für C, N, O und Ne eingetragen. Außerdem sind Ergebnisse von Präzisionsmessungen<sup>56-61</sup> für  $Z \geq 13$  eingezeichnet, die wie man erkennt, gut auf einer Geraden liegen, welche von Kostroun et al.<sup>62</sup> als beste Anpassung an theoretische Ergebnisse für  $Z \geq 13$  angegeben wurde. Der von Crone<sup>37</sup> gewählte theoretische Wert für Neon liegt nach Abb. 34 nicht auf dieser Geraden. Da anzunehmen ist, daß der auf der Geraden liegende Wert für Neon ( $\omega_K = 1,18 \times 10^{-2}$ ) einen verlässlicheren Wert darstellt als der von Crone zugrunde gelegte Wert ( $\omega_K = 8,1 \times 10^{-3}$ ) wurden die Relativwerte von Crone auf diesen Wert bezogen und neu berechnet. Es ergibt sich  $\omega_K(\text{C}) = 1,3 \times 10^{-3}$ ,  $\omega_K(\text{N}) = 2,2 \times 10^{-3}$  und  $\omega_K(\text{O}) = 3,2 \times 10^{-3}$ . Diese Ergebnisse sind ebenfalls in dem Diagramm dargestellt und weichen weniger stark von der Geraden ab als die ursprünglichen Werte. Die mit Hilfe der Synchrotron-

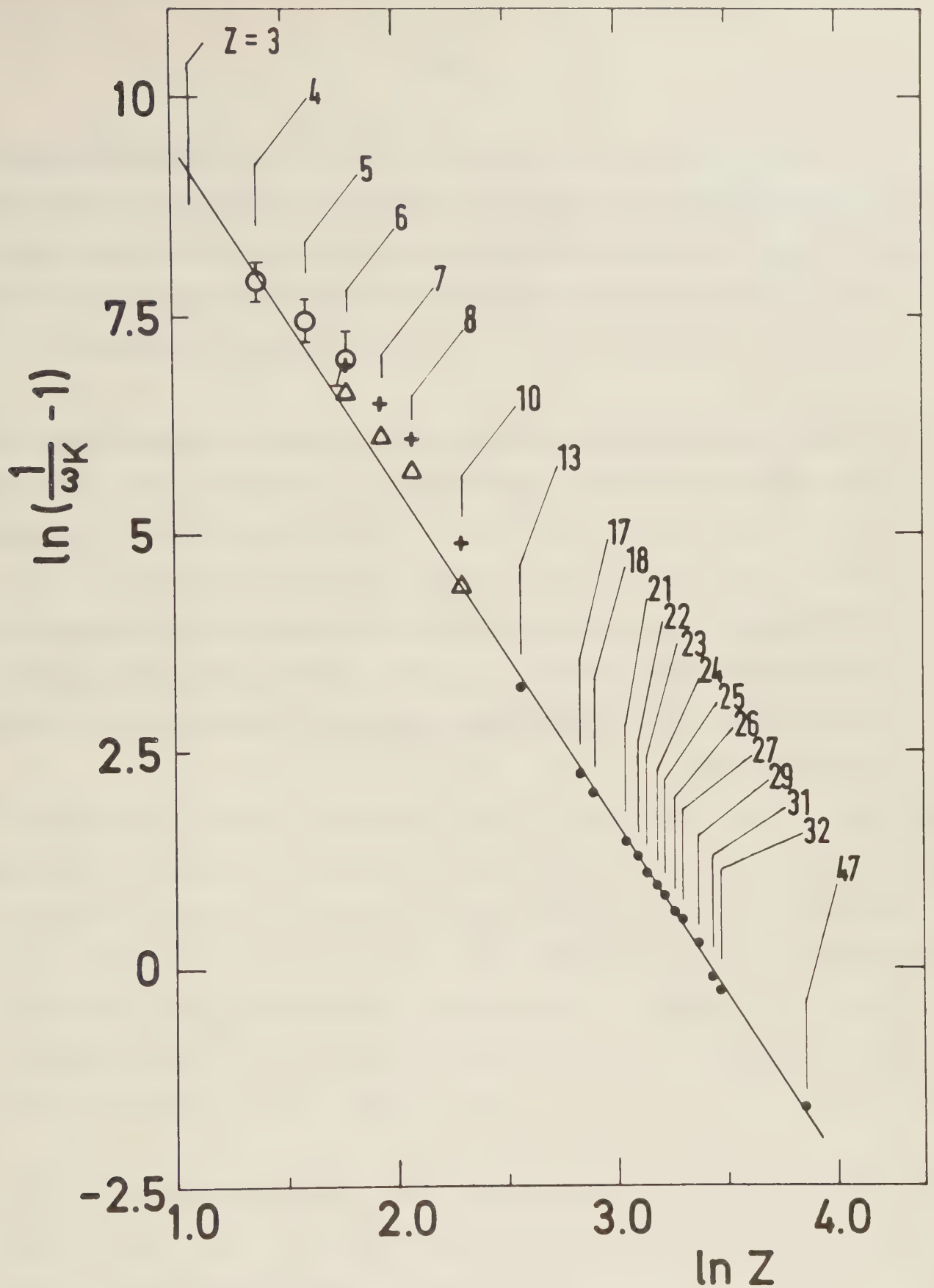


Abb. 34 Abhängigkeit der Größe  $\ln\left(\frac{1}{\omega_K} - 1\right)$  von  $\ln Z$ . Dargestellt sind die mit Hilfe der Synchrotronstrahlung ermittelten Werte (O) (mit Fehlerschranken), Relativwerte nach Crone<sup>37</sup>, bezogen auf  $\omega_K(\text{Ne}) = 8,1 \times 10^{-3}$  (+), bezogen auf  $\omega_K(\text{Ne}) = 1,18 \times 10^{-2}$  ( $\Delta$ ), Ergebnisse von Präzisionsmessungen<sup>56-61</sup> für Ordnungszahlen  $Z \geq 13$  (●) und die von Kostroun et al.<sup>62</sup> angegebene Gerade, die durch beste Anpassung an theoretische Ergebnisse für  $Z \geq 13$  erhalten wurde.

strahlung ermittelten Fluoreszenzausbeuten für B und C weichen in der Darstellung in gleicher Richtung von der Geraden ab. Eine wenn auch kleinere systematische Abweichung der experimentellen Ergebnisse von der Geraden ist von Byrne und Howarth<sup>55</sup> auch bei höheren Ordnungszahlen festgestellt worden und hängt mit der Auffüllung der einzelnen Schalen mit zunehmender Ordnungszahl zusammen.

Der Wert für Beryllium liegt annähernd auf der Geraden. Es scheint daher berechtigt, anzunehmen, daß der Wert für Lithium ( $Z = 3$ ) ebenfalls nicht allzu weit von der Geraden entfernt liegt. Unter der Voraussetzung, daß dieser Wert genau auf der Geraden liegt, beträgt die Fluoreszenzausbeute von Lithium  $\omega_K = 1,1 \times 10^{-4}$ . Extrapoliert man dagegen in Abb. 34 über die Meßergebnisse von Kohlenstoff bis Beryllium geradlinig, so erhält man  $\omega_K(\text{Li}) = 1,8 \times 10^{-4}$ . Die beiden angegebenen Werte dürften die wahre Fluoreszenzausbeute von Lithium mit großer Wahrscheinlichkeit einschließen.

## 7. ZUSAMMENFASSUNG

Für Versuche zur Fluoreszenzanregung von Röntgenemissionsspektren mit Hilfe der Synchrotronstrahlung des Deutschen Elektronen-Synchrotrons DESY wurde ein Konkavgitterspektrometer mit streifendem Einfall für den Wellenlängenbereich von 30 bis 500 Å gebaut.

Zur Registrierung der Strahlung wurde ein Detektor mit kontinuierlichen Dynoden aus Kohlenstoff entwickelt, dessen Herstellung und Eigenschaften beschrieben werden.

Die Konstruktion des Spektrometers ist so ausgelegt, daß bei bekannter Gitterkonstante aus dem Radius des Rowlandkreises und den Entfernungen Eintrittsspalt-Gittermitte-Austrittsspalt die Wellenlängen absolut bestimmt werden können.

Das Spektrometer erlaubt auch absolute Intensitätsmessungen, da seine Lichtstärke, d.h. das Verhältnis der im Bandenmaximum gemessenen Intensität zur Intensität der ausgedehnten, homogen und isotrop strahlenden Probenoberfläche berechnet werden konnte. Die Lichtstärke ergibt sich aus dem Reflexionsvermögen des Beugungsgitters, der Ausbeute des Detektors und den Geometriefaktoren. Berechnete und gemessene Intensitäten stimmen bis auf wenige Prozent genau überein, wodurch der für die Lichtstärke ermittelte Wert bestätigt wird.

Die absolute Wellenlängenmessung wurde durch Aufnahme einiger bekannter Absorptionsspektren kontrolliert. Im Zusammenhang damit wurde die K-Absorptionskante des Bors zum ersten Mal aufgenommen und vermessen.

Besondere Messungen zur Bestimmung des Auflösungsvermögens ergaben, daß der aus den Daten des Spektrometers errechnete theoretische Wert annähernd erreicht wird.

Die K-Emissionsbanden der Elemente Kohlenstoff, Bor und Beryllium konnten mit Hilfe der Synchrotronstrahlung in Fluoreszenz erhalten werden. Die Banden stimmen mit den durch Elektronenstoßanregung erhaltenen in den wesentlichen Zügen überein. Ihre Intensität ist infolge ungünstiger Betriebsbedingungen des Synchrotrons noch zu klein, um alle Einzelheiten der Struktur erkennen zu lassen. Wesentliche Intensitätssteigerungen sind zu erwarten, wenn der neue Linearbeschleuniger und besonders der Speicherring in Betrieb genommen werden.

Aus der Intensität der in Fluoreszenz erregten Emissionsbanden, der Lichtstärke des Spektrometers, der bekannten Intensitätsverteilung der Synchrotronstrahlung und unter Berücksichtigung der Absorption der Synchrotronstrahlung und der Selbstabsorption der Fluoreszenzstrahlung im Präparat konnte die Fluoreszenzausbeute von Beryllium zu  $\omega_K = 3,6 \times 10^{-4}$ , von Bor zu  $\omega_K = 5,7 \times 10^{-4}$  und von Kohlenstoff zu  $\omega_K = 8,8 \times 10^{-4}$  bestimmt werden.

Die erhaltenen Ergebnisse werden anhand eines von Byrne und Howarth angegebenen funktionellen Zusammenhangs zwischen Fluoreszenzausbeute und Ordnungszahl diskutiert, wobei sich ergibt, daß die von Crone bestimmten Relativwerte für die Fluoreszenzausbeuten von C, N, O und Ne einer Prüfung unterzogen werden müssen. Ferner läßt sich voraussagen, daß die Fluoreszenzausbeute von Lithium etwa bei  $1,5 \times 10^{-4}$  liegt.

LITERATURVERZEICHNIS

1. B.L. Henke und E.N. Smith: J. Appl. Phys. 37, 922 (1966).
2. C. Bonnelle, Y. Cauchois und G. Missoni: Nuov. Cim. Suppl. 2, Ser. 1, 685 (1964).
3. J. Schwinger: Phys. Rev. 75, 1912 (1949).
4. R. Haensel und C. Kunz: Z. Angew. Phys. 23, 276 (1967).
5. R.P. Godwin: Springer Tracts Mod. Phys. Vol. 51, 1 (1969).
6. G. Ripken: DESY Notiz A2.90 (1962) mit Nachtrag.
7. G. Wiech: Dissertation Univ. München 1964 und Z. Physik 193, 490 (1966).
8. J. R. Cuthill: Rev. Sci. Instr. 41, 422 (1970).
9. G. Rathenau und P.K. Peerlkamp: Physica 2, 125 (1953).
10. J.J. Grodski: Norelco Reporter 14, 107 (1967).
11. K. Läger: Dissertation Univ. München (1968).
12. W. Weisweiler: 5. *Internationaler Kongress für Röntgenoptik und Mikroanalyse*, Tübingen 1968, Springer Verlag Berlin, Heidelberg, New York 1969, S. 198.
13. B.L. Henke, R. White und B. Lundberg: J. Appl. Phys. 28, 98 (1957).
14. H. Neddermeyer: Dissertation Univ. München 1969 und Appl. Opt. 10, 1976 (1971).
15. M. Kanayama, T. Konno und S. Kiyono: Rev. Sci. Instr. 40, 129 (1969).
16. Ö. Nilsson, L. Hasselgren, K. Siegbahn, S. Berg, L.P. Anderson und P.A. Tove: Nucl. Instr. Meth. 84, 301 (1970).
17. D.G. Smith: J. Sci. Instr. 43, 270 (1966).
18. U. Mayer, M. Mozer und M. v. Reinhardt: Appl. Opt. 8, 617 (1969).
19. D.G. Smith: J. Sci. Instr. 44, 1053 (1967).
20. B.D. Klettke, N.D. Krym und G. Wolber: BENDIX Report, wird veröffentlicht in IEEE Proceedings of the 16th Nuclear Science Symp. 1969.
21. K. Feser: Rev. Sci. Instr. 42, 888 (1971).
22. G. Paschmann, E.G. Shelley, C.R. Chapell, R.D. Sharp und L.F. Smith: Rev. Sci. Instr. 41, 1706 (1970).

23. R.J. Archuleta und S.E. De Forest: Rev. Sci. Instr. 42, 89 (1971).
24. A.P. Lukirskii, E.P. Savinov, I.A. Brytov und Y.F. Shepelev: Isv. Akad. Nauk SSSR, 28, 866 (1964).
25. R. Haensel, K. Radler, B. Sonntag und C. Kunz: Sol. State Comm. 7, 1495 (1969).
26. E.G. Löwen: J. Phys. E: Sci. Instr. 3, 953 (1970).
27. K. Codling und R.P. Madden: Phys. Rev. 167, 587 (1968).
28. J.A. Bearden: *X-Ray Wavelengths*, NYO-10586, Oak Ridge Tennessee, US Atomic Energy Commission 1964.
29. Y. Iguchi, T. Sagawa, S. Sato, M. Watanabe, H. Yamashita, A. Ejiri, M. Sasnuma, S. Nakai, M. Nakamura, S. Yamaguchi, Y. Nakai und T. Oshio: Sol. State Comm. 6, 575 (1968).
30. A.P. Lukirskii und T.M. Zimkina: Isv. Akad. Nauk SSSR 28, 765 (1964)  
Engl. Übersetz.: Trans. Bull. Acad. Sci. USSR 28, 674 (1964).
31. W.A. Fomichev: Isv. Akad. Nauk SSSR 31, 957 (1967).
32. A. P. Lukirskii und I.A. Brytov: Fiz. Tverd. Tela 6, 43 (1964).
33. W.P. Ogier, G.J. Lucas und R.J. Park: Appl. Phys. Lett. 5, 146 (1964).
34. W.A. Fomichev und I.I. Zhukova: Opt. Spectr. 24, 147 (1968).
35. C. Kunz: DESY Notiz 70/48 (1970), wird veröffentlicht in J. Physique (1971).
36. W. Fink, R.C. Jopson, H. Mark und C.D. Swift: Rev. Mod. Phys. 38, 513 (1966).
37. W. Crone: Ann. Physik 27, 405 (1936).
38. J.A.R. Samson: *Techniques of Vacuum Ultraviolet Spectroscopy*, J. Wiley, New York, London, Sidney 1967, p. 14
39. J.W. Motz, C.E. Dick, A.C. Lucas, R.C. Placious und J.H. Sparrow: J. Appl. Phys. 42, 2131 (1971).
40. A.J. Campbell: Proc. Roy. Soc. A 274, 319 (1963).
41. B.L. Henke: *X-Ray Microscopy and X-Ray Microanalysis*, Elsevier, Amsterdam, London, New York 1960, p. 24.

42. A.P. Lukirskii, E.P. Savinov, O.A. Ershov und Y.F. Shepelev: Opt. Spectr. 16, 168 (1964).
43. K. Feser, J. Müller, G. Wiech und A. Faessler: DESY Notiz 70/59 (1970), wird veröffentlicht in J. Physique (1971).
44. ESCA, Ed. K. Siegbahn, C. Nordling, Fahlman et al. Almqvist u. Wiksell, Uppsala 1967.
45. K. Hamrin, G. Johansson, U. Gelius, C. Nordling und K. Siegbahn: Physica Scripta 1, 277 (1970).
46. G. Wiech: Z. Physik 207, 428 (1967).
47. G. Wiech: Z. Physik 216, 472 (1968).
48. J.E. Holliday: J. Appl. Phys. 38, 4720 (1967).
49. L. Hoffmann, G. Wiech und E. Zöpf: Z. Physik 229, 131 (1969).
50. G. Wiech: *Soft X-Ray Band Spectra*, Ed. D.J. Fabian, Acad. Press London 1968, p. 59.
51. G.L. Locher: Phys. Rev. 40, 484 (1932).
52. E.J. McGuire: Phys. Rev. A 2, 273 (1970).
53. E.H.S. Burhop: *The Auger Effect and Other Radiationless Transitions*, Cambridge Univ. Press, Cambridge, England 1962.
54. G.D. Archard: Proc. Second Int. Symp. *X-Ray Microscopy and X-Ray Microanalysis*, Elsevier Amsterdam, London, New York 1960, p. 331.
55. J. Byrne und N. Howarth: J. Phys. B 3, 280 (1970).
56. L.E. Bailey und J.B. Swedlund: Phys. Rev. 158, 6 (1967).
57. W. Bambynek: Z. Physik 206, 66 (1967).
58. W. Bambynek und D. Reher: Z. Physik 214, 374 (1968).
59. H.U. Freund, H. Genz, J.B. Siberts und R.W. Fink: Nucl. Phys. A 138, 200 (1969).
60. J. Pahor, A. Kodre, M. Hribar und A. Moljk: Z. Physik 221, 490 (1969).
61. C. Foin, A. Gidson und J. Oms: Nucl. Phys. A 113, 241 (1968).
62. V.O. Kostroun, M.H. Chen und B. Crasemann: Phys. Rev. A 3, 533 (1971).

### Nachtrag zu Kap. 6.2.3

Wie dem Verfasser erst nach Fertigstellung der vorliegenden Dissertation bekannt wurde, haben C.E. Dick und A.C. Lucas (Phys.Rev. A 2, 580 (1970)) und W. Hink und H. Paschke (Phys.Rev. A 4, 507 (1971)) experimentelle Werte für die Fluoreszenzausbeuten von Beryllium, Bor und Kohlenstoff veröffentlicht.

Dick und Lucas ließen die mit Elektronen hoher Energie auf Al- und C-Targets erzeugte Röntgenstrahlung auf eine Probe fallen. Die Intensität der unter einem Winkel von  $90^\circ$  von der Probe abgenommenen Fluoreszenzstrahlung wurde direkt mit einem Zählrohr gemessen. Durch Vergleich mit der Intensität der Primärstrahlung unter Berücksichtigung der Absorption im Präparat und in den Zählrohren ergab sich für Beryllium  $\omega_K = (3,04 \pm 0,61) \times 10^{-4}$ , für Bor  $\omega_K = (7,10 \pm 1,84) \times 10^{-4}$  und Kohlenstoff  $\omega_K = (1,13 \pm 0,24) \times 10^{-3}$ . Diese Werte liegen innerhalb der Fehlerschranken unserer mit Hilfe der Synchrotronstrahlung erhaltenen Ergebnisse. Im Hinblick auf die Verschiedenheit der beiden Meßmethoden kann man diese Werte als gut gesichert betrachten.

Die von Hink und Paschke angegebene Fluoreszenzausbeute von Kohlenstoff ( $\omega_K = 3,5 \times 10^{-3} \pm 10 \%$ ) dürfte beträchtlich zu groß sein.

Die Anregung zu dieser Arbeit gab Herr Prof. Dr. A. Faessler, dem ich für wertvolle Ratschläge, großzügige Unterstützung und das Interesse, das er dieser Untersuchung stets entgegenbrachte, zu großem Dank verpflichtet bin.

Dem Direktorium des Deutschen Elektronen-Synchrotrons, insbesondere Herrn Prof. Dr. E. Lohrmann, sowie Herrn Prof. Dr. P. Stähelin und dem Leiter der Synchrotronstrahlungsgruppe Herrn Prof. Dr. R. Haensel danke ich für die gewährte Forschungsmöglichkeit bei DESY.

Herrn Dr. G. Wiech danke ich für zahlreiche fördernde Diskussionen.

Den Herren der Institutswerkstatt unter Leitung von Herrn A. Pfisterer gebührt mein Dank für die hervorragende detaillierte Ausführung der Konstruktion und für die ausgezeichnete Herstellung des Spektrometers.

Herrn Dipl.-Phys. J. Müller danke ich für gute Zusammenarbeit, insbesondere für große Hilfeleistung bei den Messungen.

Nicht zuletzt gilt mein Dank Frau E. Thumann für das Schreiben der Arbeit.

Die Deutsche Forschungsgemeinschaft hat durch finanzielle Unterstützung das Projekt ermöglicht.

## LEBENS LAUF

Am 12. August 1938 wurde ich als Sohn des Bauingenieurs Karl Feser und seiner Ehefrau Maria, geb. Zehentmeier, in Regensburg geboren. Nach dem Besuch der Volksschule vom Herbst 1944 bis zum Sommer 1948 trat ich im Herbst 1948 in das Neue Gymnasium in Regensburg ein, wo ich im Juli 1958 die Reifeprüfung ablegte.

Im Wintersemester 1958/59 begann ich mit dem Studium der Physik an der Universität München. Der Diplomvorprüfung unterzog ich mich im Sommer 1961. Im Januar 1963 begann ich unter Anleitung von Herrn Professor Dr. A. Faessler mit der Anfertigung der Diplomarbeit. Die Diplomhauptprüfung legte ich im Januar 1966 ab. Seither arbeite ich ebenfalls unter Anleitung von Herrn Professor Faessler an der Anfertigung der vorliegenden Dissertation.

Im Anfängerpraktikum des Instituts war ich von Mai 1964 bis Oktober 1968 zunächst als Hilfsassistent und später (ab März 1968) als Verwalter einer wissenschaftlichen Assistentenstelle tätig. Seit November 1968 bin ich als wissenschaftlicher Angestellter beschäftigt.



